

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد الصديق بن يحيى- جيجل

Université Mohamed Seddik Benyahia-Jijel-

Faculté des Sciences de la Nature
et de la Vie
Département de Microbiologie Appliquée
et des Sciences Alimentaires



كلية علوم الطبيعة و الحياة
قسم الميكروبيولوجيا التطبيقية
و علوم التغذية

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme : Master Académique en Biologie

Option : Contrôle de qualité des produits alimentaires

Thème

*Etude comparative entre deux méthodes d'extraction
de la pectine de l'écorce de deux variétés d'orange
(Thomson et Sanguine)*

Membres de Jury :

Président : M^r BOUDJERDA Djamel

Examinatrice : M^{me} AYAD Rima

Encadreur : Dr. BENALI Sonia

Présenté Par :

M^{elle} BOUDRAA Ibtissem

Année universitaire 2016-2017

Remerciements

Avant toute chose, je remercie Dieu, le tout puissant, pour m'avoir donné la force et la patience.

*Je tiens à exprimer ma gratitude et mon respect à mon encadreur, **Dr. Benali sonia**, pour avoir dirigé cette étude et pour les précieux conseils qu'elle m'a donné tout au long de ce travail.*

*Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux membres du Jury : **Mr. Boudjerda Djamel**, qui nous a fait l'honneur de présider la soutenance de ce mémoire et **M^{me} Ayad Rima**, pour avoir accepté d'examiner ce manuscrit. Leurs remarques et leurs précieux conseils me permettront d'améliorer mon travail au mieux.*

*Mes remerciements à **Mr. Kassarra mehiddine**, pour sa gentillesse et son aide.*

*Je témoigne ma reconnaissance au **Dr. Dairi sofiane** et **Mr. Laib**, Département Microbiologie Appliquée et Sciences Alimentaires, Université Mohammed Seddik Ben Yahia - JIJEL, pour leurs conseils et supports dans le cadre de cette étude.*

Et à toute personne qui m'a aidé de près ou de loin à réaliser ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail à :

*A ma belle famille ma mère et mon père, que ils trouvent
ici toute ma gratitude pour les encouragements, la
tendresse et l'amour pour leur soutient tous au long de
mes étude.*

A mon unique très chère frère ; Anis.

*A mes charmantes sœurs; Hanane, Mouna, Roumaissa,
fatima, Joumana et souzane.*

A mes beau-frère Ahmed et Mohammed, Nassim

*A mes nièces Mariem, Zakaria, Yahya , Abd el adhim
et Karim. Aya, Mohamed Lamine, Abd illah.*

*A mes cousins Soumia, Saber, Issam, Youcef, Nabil, Ayoub,
Farce,*

*A La famille Ben mabrouk Zakaria, Ayoub,
Djoumana, Ghofran et leurs mère ma tante Hanifa.*

A mes tantes Houria, Lamia.

A mes oncles Abd elghani, Djamel, Abd elrzzak

A toutes la famille Boudraa

A mes ami (es)

Toute la promotion 2016/2017.

Ibtissem Boudraa



Sommaire

Sommaire

Liste d'abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....01

Partie 1: Synthèse bibliographique

Chapitre I : Généralités sur l'orange

I.1. Historique.....03

I.2. Description de l'orange 03

I.3. Structure morphologique du fruit.....04

I.4. Composition chimique du fruit.....06

I.5. Composition chimique de l'écorce d'orange.....08

I.6. Classification et principales variétés d'orange.....09

I.7. Production et répartition géographique de l'oranger (Citrus Sinensis) 11

 I.7.1. Dans le monde.....11

 I.7.2. En Algérie12

I.8.Importance agro-économique de l'orange.....12

 I.8.1.Utilisation du fruit12

 I.8.2.Utilisation de l'écorce13

Chapitre II : Généralité sur les pectines et leurs propriétés physico-chimiques

II.1. Structure de la pectine.....17

II.2. Principales sources de pectine..... 19

 II.2.1. En général.....19

II.2.2. Les agrumes en particuliers.....	19
II.3. Propriétés physico-chimiques des pectines.....	20
II.3.1. Solubilité et la précipitation.....	20
II-3.2. Viscosité des pectines.....	20
II. 3.3. Pouvoir stabilisant et pouvoir épaississant.....	21
1. Propriétés épaississantes.....	21
II. 3.4. Pouvoir émulsifiant.....	22
II-3-5-Pouvoir moussant.....	22
II.3.6. Pouvoir gélifiant.....	22
II.3.6.1. Gélification des pectines hautement méthylées (HM).....	23
II.3.6.2. Gélification des pectines faiblement méthylées (LM)	24
I.4. Autres degrés de substitution non osidique (DAC) et leurs impacts sur les propriétés fonctionnelles.....	26
I.4.1. Exemple du Degré d'acétylation (DAC).....	26
II.5.Dégradation des pectines.....	26
Chapitre III : Procédés d'extraction et le role de la pectine	
III.1.Procédés d'extraction et précipitations des pectines.....	28
▶ Extraction par hydrolyse acide.....	28
▶ Extraction par les agents complexants.....	28
▶ Extraction enzymatique.....	29
▶ Extraction par Ultrasons.....	29
▶ Extraction par micro-ondes.....	29
▶ Extraction par Pression.....	30
▶ Extraction par Soxhlet.....	30
III.2.Rôles des pectines.....	30
▶ Leur rôle comme additif alimentaire.....	30
▶ Leur rôle comme produit pharmaceutique.....	31
▶ Effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux et en vitamines.....	31

Partie 2: Partie expérimentale

VI. Matériels et Méthodes	33
VI.1. Matériel	33
VI.1.1. Matériel Végétal	33
VI.1.1.1. Origine	33
VI.1.1.2. Echantillonnage	33
VI.2. Méthodes	33
VI.2.1. Préparation de la matière première	33
VI.2.2. Teneur en cendres, matière organique, matière minérale, eau.....	34
VI.2.3. Méthodes d'extraction de la pectine	36
VI.2.3.1. Extraction par hydrolyse acide	36
V.2.3.1.1. Extraction de la pectine par l'acide Chlorhydrique	36
V.2.3.1.2. Extraction de la pectine par l'acide citrique	37
VI.2.3.2. Extraction assistée par micro-ondes.....	37
VI.2.4. Pouvoir gélifiant des pectines extraites.....	40
V. Résultats et discussions	
V.1. Propriétés physico-chimique.....	43
V.1.1. Détermination du pourcentage des différentes parties d'orange.....	43
V.1.2. Détermination du diamètre de l'orange (Thomson et sanguine).....	44
V.1.3. Détermination du Séchage.....	45
V.1.4. Détermination du Humidité	46
V.1.5. Détermination de la Teneur en Matière Minérale.....	47
V.1.6. Détermination Teneur en Matière Organique	48
V.1.7. Détermination de la Matière sèche.....	49
V.2. Extraction de la pectine.....	50
V.2.1. Extraction de la pectine par hydrolyse acide.....	50
V.2.1.1. Extraction de la pectine par « acide Chlorhydrique ».....	50

V.2.1.2. Extraction de la pectine par « acide citrique ».....	51
V.2.2. Extraction assistée par micro-ondes.....	53
V.2.3. Pouvoir gélifiant de la pectine	55
Conclusion.....	59
Résumé	

Liste des abréviations

Liste des abréviations

AOAC : Association of Official Analysis Chemistry;

Ca : Calcium ;

CRE : Capacité de Rétention d'Eau ;

DAC : Degré d'acétylation ;

DE : Degré d'estérification ;

DM: Degré de Méthoxylation ;

EDTA : Acide disodique éthylènediamine tétraacétique ;

H : Humidité;

HCl : Acide chlorhydrique ;

K: Potassium ;

MG : Matière Grasse ;

MM : Matière Minérale ;

MS : Matière Sèche ;

MO : Matière Organique ;

M: Molaire ;

Na : Sodium;

pH : Potentielle d'hydrogène ;

PHM : pectines de haut poids moléculaire ;

PLM : pectines de faible poids moléculaire ;

RGI : rhamnogalacturonanes I ;

TE : teneur en eau

UE : Union Européenne

USDA : Département de l'Agriculture des États-Unis

Liste des figures

Liste des figures

Numéro des figures	Titre	Page
Figure 01	Photo de la fleur et fruits de <i>Citrus sinensis</i> .	03
Figure 02	Coupe équatoriale d'une orange.	04
Figure 03	Photo de l'écorce de fruits de <i>Citrus sinensis</i> .	05
Figure 04	Représentation schématique de la bioraffinerie de la peau d'orange.	16
Figure 05	Architecture de la paroi cellulaire et localisation des pectines majeurs : pectines, celluloses et hémicelluloses « 90 % du poids sec »).la période de conservation.	17
Figure 06	Structure de la pectine.	18
Figure 07	Modèle de gélification des pectines HM	24
Figure 08	Représentation schématique de la gélification des pectines LM selon le modèle de la boîte à œuf.	25
Figure 09	Etapes de formation des gels en présence de Ca^{++}	25
Figure 10	Tableau de flux pour l'extraction de la pectine à partir de l'écorce d'orange.	41
Figure 11	Pourcentage des différentes parties d'orange (Thomson et Sanguine)	43
Figure 12	Diamètre des oranges (Thomson et sanguine) (en cm)	44
Figure 13	Cinétique de séchage des écorces d'orange.	45
Figure 14	Taux l'humidité des deux échantillons d'orange après le séchage.	46
Figure 15	Teneurs en cendres des deux écorces d'orange après séchage.	47
Figure 16	Teneur en matière organique des deux variétés.	48
Figure 17	Teneur en matière sèche des deux échantillons de l'orange après séchage.	49
Figure 18	Rendement de l'extraction de la pectine par hydrolyse acide (l'acide Chlorhydrique).	50
Figure 19	Rendement d'extraction de la pectine par hydrolyse acide (acide citrique).	51
Figure 20	Rendement d'extraction de la pectine par micro-ondes.	53
Figure 21	Photographie de la gelée obtenue.	55
Figure 22	Photographie de la gelée réussie.	58

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableaux 01 : Systématique de l'orange douce (<i>Citrus sinensis</i> L.).....	09
Tableaux 02 : Production mondiale d'oranges (en tonnes).....	12
Tableau 03 : Tests du pouvoir gélifiant	56

INTRODUCTION

L'oranger *Citrus sinensis* (L.), produisant des oranges douces, est le fruit d'arbre le plus cultivé dans le monde (climats tropicaux et subtropicaux) pour ses fruits très appréciés essentiellement pour leurs propriétés nutritionnelles et gustatives. Ces fruits sont destinés à être consommés à l'état frais ou à une transformation industrielle principalement pour l'extraction de son jus (Pandharipande & Makode, 2012).

En Algérie, les industries agroalimentaires, génèrent d'importantes quantités de déchets. Ces derniers constituent une nuisance certaine pour l'environnement et un gaspillage de matières organiques utiles.

La valorisation de ces sous-produits est devenue une priorité pour les industriels. En effet, ces déchets pourraient être transformés en capitaux, si des bio-produits potentiellement commercialisables, tels que la pectine et les huiles essentielles, peuvent être extraites à partir des écorces et des fruits à faible valeur marchande.

De nombreuses études ont montré que les déchets des industries agroalimentaires sont considérés comme des produits nobles et sources de nouvelles matières premières pour de nombreuses industries.

La pectine est un mélange complexe de polysaccharides se produisant dans les parois cellulaires primaires des plantes terrestres. Bien que les pectines puissent être extraites d'un grand nombre de végétaux, les sources industrielles principales sont le marc de pomme et les écorces d'agrumes (orange, citron).

D'un point de vue nutritionnel, les pectines sont considérées comme des fibres solubles ayant une forte capacité de rétention d'eau. Plusieurs effets bénéfiques pour la santé ont été rapportés concernant l'élimination des métaux lourds et la diminution du taux de cholestérol plasmatique (Voragen *et al.*, 1995 ; Donato, 2004).

Dans l'industrie alimentaire, les pectines sont généralement employées pour leur rôle dans le contrôle de la texture pouvant aller du simple épaissement jusqu'à la gélification. En effet, elles sont principalement utilisées comme gélifiants, en particulier dans les confitures et les gelées, comme épaississants et stabilisants dans les jus de fruits et les boissons lactées (Suliman *et al.*, 2013). La quantité ainsi que la qualité de la pectine dépend de la variété, du stade de développement et des conditions d'extraction.

Introduction

C'est dans ce contexte que nous avons choisi de travailler sur l'extraction de l'un de ces fruits de valorisation des sous-produits, qui est la fameuse pectine. Cette dernière est considérée comme un ingrédient alimentaire fonctionnel de grande valeur.

Le présent travail vise ainsi à établir une comparaison entre la quantité (via le taux de rendement) et la qualité (via le pouvoir gélifiant) de la pectine extraite à partir de l'Albédo d'écorce de deux variétés d'orange « Thomson et Sanguine » en appliquant deux différentes méthodes d'extraction à savoir une extraction par hydrolyse acide et une hydrodistillation assistée par micro-ondes « Microwave Assisted Hydrodistillation (MAHD) ».

*Synthèse
bibliographique*

I.1. Historique

L'oranger, *Citrus sinensis*, est originaire du sud-est de la Chine où il poussait déjà, semble-t-il, 2000 ans avant J.-C. Il a ensuite été implanté en Inde où les habitants l'appelaient « nagrung » un terme dérivant de nagaranga qui désigne la maladie de l'éléphant ayant mangé de trop grandes quantités de fruits verts.

L'arbre gagne lentement du terrain et finit par arriver en Espagne vers le VII^e siècle. Ce n'est que mille ans plus tard qu'il est introduit en France. Sous le règne de Louis XIV, l'orange devient un fruit à la mode et le roi soleil fait même construire une orangerie à Versailles pour que ses jardiniers puissent en produire (**Bringer et al., 2004**).

I.2. Description de l'oranger

L'oranger est un arbre au port harmonieux facile à cultiver, vigoureux, peu épineux de croissance rapide. Il est considéré parmi les plus populaires et les plus connus au monde (**Bringer et al., 2004**).

L'oranger peut atteindre de grande taille en pleine terre 10 m environ, avec un feuillage vert sombre persistant, ovales, la longueur varie de 6 à 12 cm, au pétiole ailé. La floraison printanière des orangers, groupée de 2 ou 6, sont d'un blanc vif et très parfumée. Les fruits mettent environ 10 à 12 mois pour murir.



Figure 1. Photo de la fleur et fruits de *Citrus sinensis* (**Saraoui, 2010**).

I.3. Structure morphologique de l'orange

L'orange est un agrume qui peut aussi être appelé hesperidium. Celui-ci diffère des autres fruits comme la tomate ou le raisin car il possède une peau dure et solide qui protège la partie comestible du fruit (Davies et Albrigo, 1994). C'est un fruit très consommé frais ou en jus. Il arrive à maturité entre novembre-avril selon les variétés (Bachès, 2011).

L'orange est de forme et de couleur variable suivant les variétés, mais en général il est sphérique, à peau lisse et de couleur orangée (orange claire à rouge foncé) d'où son appellation (Dugo et Di Giacomo, 2004).

La pulpe se divise en quartiers composés de vésicules juteuses et de graines dures de couleur blanche. De même, la pulpe varie en acidité selon les variétés (Bénédict et Bachès, 2011).

La structure d'une orange est présentée dans la Figure 2. Les parties caractéristiques communes aux agrumes sont les suivantes :

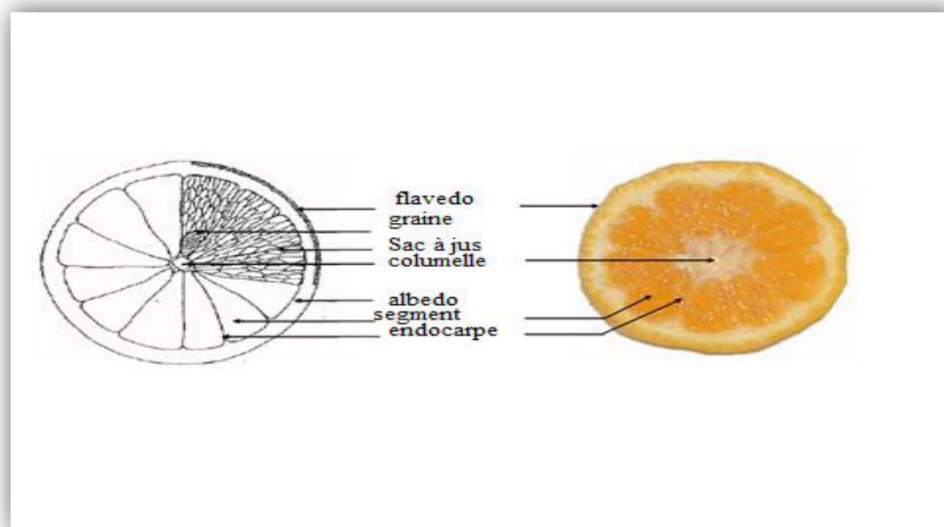


Figure 2. Coupe équatoriale d'une orange (Huet, 1991).

I.3.1. Ecorce d'orange ou péricarpe

Les différentes parties qui forment l'écorce d'orange sont : l'albedo (mésocarpe) et le flavédo (épicarpe) (Ladaniya, 2008 ; Bejar et al., 2012).

➤ Flavédo ou épicarpe

La couche colorée la plus extérieure est appelée flavédo car elle contient des glandes à huiles essentielles. Cette couche représente 8 à 10 % du fruit, elle contient des pigments caroténoïdes, des vitamines, etc.

➤ Albédo ou mésocarpe

L'albédo est la couche intérieure, elle est blanche et spongieuse. Cette partie est riche en pectines, elle peut constituer 12 à 30% du fruit



Figure 3. Photo de l'écorce d'orange.

I.3.2. Pulpe ou endocarpe

C'est la partie comestible du fruit encore appelé « épiderme interne ». Dans le cas des oranges, les cellules très juteuses (formant des sacs à jus ou encore vésicules à jus) sont des poils produits par l'endocarpe. Les segments (ou quartiers) qui comprennent de nombreuses vésicules sont séparés par des parois carpellaires ou membranes constituées de cellulose, pectine et hémicelluloses. Les segments sont attachés à la partie centrale du fruit appelée columelle (**Huet, 1991; Albagnac, 2002 ; Bennici et al., 2004 ; Ramful et al., 2010**).

I.3.3. Pépins

Les graines « Pépins », en nombre variable suivant les espèces, sont ancrées sur l'axe central du fruit. Elles représentent 0 à 4 % du fruit et ont une teneur élevée en huile.

I.4. Composition chimique du fruit

► Eau

L'orange est composée en moyenne de 85 à 90% d'eau. Les agrumes font partie des fruits les plus aqueux (**Vierling, 2008**). C'est dans cette eau que se trouvent sous forme dissoute les principaux éléments nutritifs, cités ci-après.

► Glucides

La teneur en sucres peut varier selon la variété mais elle est en moyenne de 8,5 à 12% dans le fruit à maturité, avec 40% de saccharose. Parmi les autres glucides constitutifs, on a le fructose et le glucose qui sont rapidement assimilables (les sucres rapides) et fournissent rapidement de l'énergie à l'organisme (**Beton et al., 1993**).

► Acides organiques

Ils représentent en moyenne de 0.5 à 1.4% et c'est essentiellement de l'acide citrique et un peu de l'acide malique qui apportent à l'orange sa saveur acidulée (**Vierling, 2008**).

► Autres composants énergétiques

Ils ne tiennent qu'une place négligeable dans la composition de l'orange. En effet, elle ne renferme que des traces de lipides (inférieur à 1%) concentrées dans les pépins et la pulpe. L'orange contient aussi peu de protéines, c'est pourquoi elle est classée comme fruit peu énergétique avec en moyenne 45 à 50 kcal pour 100g (**Beton et al., 1993**).

► Minéraux et oligoéléments

Sa chair fournit également des quantités intéressantes de minéraux variés notamment de calcium (40 mg /100 g), de potassium et de magnésium (**Boileau et al., 1998**). Ses oligoéléments sont nombreux (fer à 0.3 mg, cuivre, zinc, manganèse, nickel, iode, etc.) et elle contient aussi des traces de bore et de sélénium (**Boileau et al., 1998**).

► Fibres

Les fibres y sont abondantes (avec une teneur de 2.4% en moyenne) : pectines, hémicelluloses, celluloses, et lignine (traces).

Les oranges ont l'originalité d'être riches en pectines (environ 50%) particulièrement bien tolérées et qui jouent un rôle régulateur sur le transit intestinal (**Boileau et al., 1998**).

D'après plusieurs études menées sur les teneurs en fibres insolubles dans l'eau, nous avons :

- lignine et cellulose (c'est-à-dire fibres brutes et une partie des hémicelluloses) : plus de 2/3 des fibres. Dont :

- lignine : <20% des fibres totales.

- cellulose : < 25% des fibres totales.

- hémicelluloses : 50% des fibres insolubles dans l'eau

- pectine « fibre soluble dans l'eau »: 0.5 à 1.7% de pectines fortement méthylées (méthoxylées).

► Vitamines

Elle constitue une excellente source d'acide ascorbique (>50 mg/100g), mais aussi de vitamines du groupe B (B12 et B9) et de provitamines A (essentiellement des carotènes) en relation avec l'intensité de la couleur des fruits (0.05 à 0.2 mg/100g) (**Vierling, 2008**). On trouve aussi de petites quantités de vitamine E (0.24 mg/100g) (**Albrigo, 1970**) et de vitamine P (flavonoïdes et anthocyane) (**Beton et al., 1993**).

► Substances aromatiques

Participent à la formation du goût et du parfum de l'orange. Ce sont des composées complexes caractéristiques de ce fruit. Des essences odorantes sont concentrées dans les cellules sécrétrices de la peau et sont employées en alimentation, parfumerie et pharmacie.

► Pigments

Donnent à la pulpe sa couleur plus ou moins marquée. Jaune orangé pour les flavonoïdes et caroténoïdes, jaune pour les xanthophylles, rouge pour les anthocyanes et les violoxantine (abondantes dans la sanguine).

► Huiles essentielles

Ce sont des substances volatiles qui donnent à chaque fruit son odeur particulière (**Beton et al., 1993**).

I.5. Composition chimique de l'écorce d'orange

L'écorce d'orange est composée essentiellement de la cellulose, l'hémicellulose, substance pectiques, des pigments (flavonoïdes, anthocyanines et caroténoïdes) et huiles essentielle. Elle contient également d'autre composés tels que, les glucides, les minéraux et, peu de lipides et de protéines (Lu *et al.*, 2009).

L'écorce d'orange est riche en hydrates de carbone solubles et insolubles (Grohmann *et al.*, 1995 ; Bieu et Mustata, 2011).

En effet, l'écorce d'orange contient des taux élevés en sucres solubles : glucose, fructose et saccharose (Grohmann *et al.*, 1995 ; Bieu et Mustata, 2011). Le saccharose et le glucose sont les sucres prédominants dans les stades précoces et maturation d'écorce (Ladaniya, 2008).

Concernant les polysaccharides insolubles des parois cellulaires de l'écorce d'orange, ils sont composés de cellulose et d'hémicelluloses. Ces derniers, sont riches en acide galacturonique, arabinose, galactose, rhamnose et un peu de xylose et peut-être de glucose (Grohmann *et al.*, 1995).

L'amidon est particulièrement abondant dans l'albédo, mais se trouve également dans le flavédo quand il est vert (Ladaniya, 2008).

L'écorce d'agrumes a été signalée comme étant une très bonne source de pectines et de fibres alimentaires en général, avec une proportion équilibrée de fractions solubles et insolubles (Larrauri *et al.*, 1996 ; Kuljarachanan *et al.*, 2009).

L'écorce d'orange est riche aussi en composés phénoliques tels que les flavonoïdes (Garg *et al.*, 2001 ; Lu *et al.*, 2006 ; Benavente-Garcia, 2008 ; Ma *et al.*, 2008) et les acides phénoliques qui constituent environ un tiers des composés phénoliques (Zadernowski *et al.*, 2009 ; Abd El-aall et Halaish, 2010).

La plupart des acides phénoliques, possédant un caractère antioxydant, sont des dérivés cinnamiques ou benzoïques (Berset, 2006). Ce sont des composés possédant une fonction acide en plus de la fonction phénol (Hennebelle *et al.*, 2004). L'écorce d'orange contient essentiellement des acides chlorogéniques, caféiques, p-coumariques, sinapique, féruliques (hydroxycinnamiques) (Bocco *et al.*, 1998 ; Gorinsein *et al.*, 2001 ; Wang *et al.*, 2008).

Concernant les flavonoïdes, les oranges en contiennent plus de 60, répartis selon leur structure moléculaires en quatre classe : flavanones, flavones, flavonols et anthocyanines (Erlund, 2004 ; Mandalari *et al.*, 2007 ; Benavente-Garci, 2008 ; Salas *et al.*, 2011).

I.6. Classification et principales variétés

I.6.1. Classification

La classification des oranges est présentée dans le tableau suivant :

Tableau 1. Systématique de l'orange douce (*Citrus sinensis* L.) (Kimball, 1999 ; Manner *et al.*, 2006 ; Nicolosi, 2007 ; Pena *et al.*, 2007).

Règne	Végétal
Ordre	<i>Géraniales,</i>
Sous-ordre	<i>Géraniineae,</i>
Classe	<i>Dicotyledoneae,</i>
Sous-classe	<i>Archichalmydeae,</i>
Division	<i>Embryophyta,</i>
Sous-division	<i>Angiospermes</i>
Famille	<i>Rutaceae,</i>
Sous famille	<i>Aurantiodeae,</i>
Tribu	<i>Citreae,</i>
Sous tribu	<i>Citrinae,</i>
Genre	<i>Citrus</i>
Espèce	<i>Citrus sinensis</i>

I.6.2. Principales variétés d'oranges

Il existe deux grandes catégories d'oranges : les oranges douces (*Citrus sinensis* L.) et les oranges amères (*Citrus aurantium* L.)

I.6.2.1. Variétés d'orange douces (*Citrus sinensis* L.) :

Cette variété est divisée en quatre classes, chacune avec des caractéristiques distinctes :

➤ Oranges communes

Elles sont encore appelées « blondes », c'est la variété la plus abondante. Dans cette catégorie, on trouve 'Jaffa', 'Maltaise blonde' et les orange 'Valencia late' qui sont cultivées dans le monde entier. La principale variété est la Valencia, première variété commerciale de tous les types d'agrumes. Celle-ci peut être rencontrée dans toutes les zones principales de production d'oranges (**Kimball, 1999**). Les oranges blondes développent beaucoup moins d'amertume que les oranges navels lors de leur pressage, c'est la raison pour laquelle elles sont destinées à la transformées en jus.

➤ Oranges sanguines

Les oranges sanguines sont caractérisées par la couleur plus ou moins rouge de la chair et de la peau, et par leur saveur plutôt acidulée. Ce sont probablement les plus succulentes des oranges, mais elles ne sont disponibles que pendant quelques mois. En général, les consommateurs préfèrent plus les demi-sanguines comme les 'Maltaise demi-sanguine', 'Double fine améliorée' que les sanguines comme les 'sanguinelli' ou 'Moro'.

➤ Oranges Navels

Les oranges Navels caractérisées par la présence d'une excroissance sur la partie supérieure de l'orange. Le mot « navel » signifie d'ailleurs « ombilic » en anglais.

A l'intérieur du fruit on peut remarquer l'existence caractéristique d'un embryon de fruit secondaire, souvent appelé « fœtus » (**Courboulex, 2010**) Les oranges Navels se différencient également des autres groupes par le faible nombre de pépins qu'elles contiennent, voire leur absence totale. Les navels mûrissent de novembre à février, leur goût est excellent et leur chair est bien croquante. Les variétés les plus cultivées sont 'Washington navel' (gros fruit), 'Navelina'

(précoces) et 'Navelate' (tardives) (Courboulex, 2010) Ces oranges sont les plus consommées en fruits de bouche. elles sont moins juteuses que la plupart des autres variétés.

► Orange non Acide ou sucrée

Ces oranges ont très peu d'acides, donc peu de saveur. Les oranges sans acides sont des fruits de début de saison et sont également appelés des oranges "douces". Ils contiennent très peu d'acide, ce qui les rend impropres au jus. Elles ne sont pas cultivées en grandes quantités.

I.7. Production et répartition géographique de l'oranger (*Citrus Sinensis*)

I.7.1. Production de l'oranger (*Citrus sinensis*)

I.7.1.1. Dans le monde

La récolte mondiale d'orange est de l'ordre de 63.5 millions de tonnes par an. À l'origine de 28% de ce volume, le Brésil est de loin le premier producteur mondial. Il est suivi des États – Unis (12.5%) et du Mexique (6.5%) (Christian et al. 2002).

L'Espagne est le premier exportateur avec plus de 1.3 million de tonnes exportés par an sur un commerce mondial qui représente 5.1 millions de tonnes en moyenne au cours de ces dernières années. Ce pays, dont la production est avant tout située dans l'ouest (communauté valencienne) et le sud (Andalousie), fournit environ 50% des oranges importées par l'ensemble des membres de l'Union Européenne (UE). Le reste de l'approvisionnement de l'UE est essentiellement fourni par des pays extérieurs (Afrique du sud, Maroc, Egypte, Argentine, etc.) ; ainsi que l'Italie et la Grèce.

D'après les statistiques rapportées par le département de l'Agriculture des États-Unis (USDA, 2017), la production mondiale d'oranges estimée dans quelques pays producteurs est illustrée dans le tableau suivant.

Tableau 2. Production mondiale d'oranges (en tonnes) (USDA, 2017).

Production	2015/16	2016/17
Brésil	14,320	18,197
Chine	6,900	6,200
Union européenne	6,241	6,050
États-Unis	5,362	4,892
Afrique du Sud	1,560	1,560
Maroc	925	960
Autre	192	191

I.7.1.2. En Algérie

D'après Houaoura (2013), la superficie en agrumes durant l'année 2013 est estimée à 55.000 ha. Le centre du pays compte 56% de cette surface d'agrumes, 30% se trouvent à l'est du pays et 14% à l'Ouest.

Parmi les principales wilayas productrices en Algérie : Blida (15809 ha), Chlef (5777 ha), Alger (5065ha), Mostaganem (4079 ha), Tipasa (3725ha), etc.

I.8. Importance agro-économique de l'orange

I.8.1. Utilisation du fruit

Selon la base de données statistique de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAOSTAT), la production mondiale d'orange en 2013 était estimée à 71 445 352 tonnes, dont environ 70% ont été utilisés pour fabriquer des produits tels que le jus ou la marmelade (Siles, J. A et al., 2016).

Par conséquent, la culture des oranges est devenue une industrie importante et un secteur économique important dans certains pays tels les États-Unis, le Brésil, la Chine, et dans la plupart des pays méditerranéens.

Selon la même source, durant l'année 2007 environ 70% de la production mondiale d'oranges est utilisé pour fabriquer des produits comme le jus ou la marmelade (Martín et al., 2010).

I.8.2. Utilisation de l'écorce

Environ 50 à 60% des fruits sont transformés en déchets d'écorces d'agrumes, qui se composent des écailles, des graines et des résidus membranaires (Wilkins et al., 2007a).

Afin d'exploiter ces déchets, ceux-ci doivent être correctement traités. En vertu de la législation environnementale actuelle, tous les déchets doivent être considérés comme des matières premières si une procédure de valorisation doit être développée (Möller et al., 2001).

Bien que les déchets d'épluchage d'orange puissent être réutilisés à des fins très variées, jusqu'à présent, il n'y a pas eu de moyen d'élimination satisfaisant autre que le déversement des déchets sur des terrains adjacents aux sites de production, en l'utilisant comme matière première dans la fabrication d'aliments pour bétail ou de combustion (Lapuerta et al., 2008). Cependant, ces procédés génèrent des eaux usées très polluées (Martín et al., 2010).

- **L'alimentation animale**

En effet, l'augmentation du poids corporel chez les bovins est beaucoup plus élevée lorsqu'on se nourrit de déchets d'orange que les aliments riches en amidon (Bampidis et Robinson, 2006). Tripodo et al. (2004), ont décrit une méthode qui permet d'obtenir des aliments pour animaux provenant de la pulpe de centrifugation des jus d'agrumes.

- **Fertilisant organique**

Une autre solution pour l'élimination des déchets d'écorces d'orange est de le convertir en engrais par compostage (van Heerden et al., 2002). Cela a été réalisé avec succès en modifiant les déchets d'agrumes en ajustant quelques paramètres tels que le pH et la teneur en humidité.

- **Extraction des composés à haute valeur ajoutée**

L'écorce d'orange contient de nombreux composés de haute valeur, qui, s'ils sont extraits en utilisant des technologies de pointe, pourraient transformer ce qui est généralement considéré comme un substrat problématique à un produit de grande valeur. Parmi ceux-ci, on a les huiles essentielles, contenues dans la partie flavedo. Elles ont également de nombreuses applications dans l'industrie alimentaire comme saveurs, dans l'industrie chimique, les cosmétiques et les produits ménagers domestiques (Smyth et Lambert, 1998).

Nous avons aussi la pectine qui est exploitée dans l'industrie alimentaire comme agent gélifiant. Il est également utilisé dans les garnitures, les bonbons, comme stabilisant dans les jus de fruits et les boissons lactées.

- **Conversion de lignocellulose en produits de grande valeur utilisant des microbes**

L'écorce d'orange a des quantités appréciables de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, qui constituent le plus grand composant organique résidant après extraction de produits de plus grande valeur.

Exemple de l'Éthanol :

L'éthanol possède de larges applications en tant que solvant, parfum, arôme et médicament et possède une longue histoire d'applications comme combustible pour le chauffage.

On a démontré que la pelure d'orange était une bonne source de production d'éthanol, un procédé qui se déroule par une étape d'hydrolyse enzymatique et une fermentation subséquente par *Saccharomyces cerevisiae* (**Wilkins et Grohmann, 2007**).

- **Enzymes industrielles**

L'écorce de citron contient des quantités appréciables de pectine qui peuvent induire la synthèse des enzymes pectiques par les communautés microbiennes qui poussent sur elles. Les enzymes pectiques ont une large gamme d'applications dans l'industrie du jus de fruits pour faciliter l'extraction et la clarification des jus (**Rombouts et Pilnik, 1986**). La production d'enzymes pectiques par *Aspergillus foetidus* dans des cultures à l'état solide, à l'échelle du laboratoire, en utilisant des déchets d'agrumes comme substrat a été démontrée (**Garzon and Hours, 1992**).

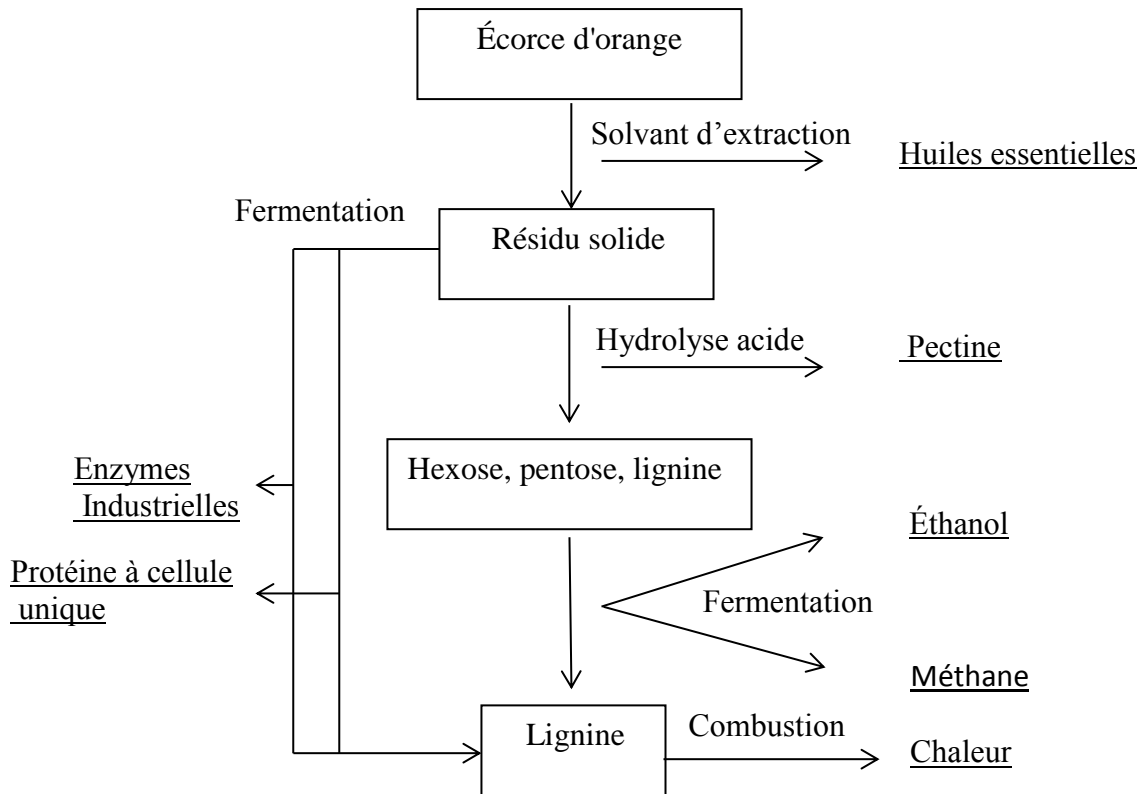


Figure 04. Représentation schématique de la bioraffinerie de la peau d'orange.

Chapitre II
Généralité sur les
pectines et leurs
propriétés physico-
chimique

Les pectines ou plus largement les substances pectiques, sont des polysides, rattachées aux glucides.

D'un point de vue nutritionnel, les pectines sont considérées comme des fibres solubles ayant une forte capacité de rétention d'eau, celle-ci étant un bon solvant pour les pectines.

Elles sont exclusivement d'origine végétale (nombreux fruits et légumes), localisées dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion (Figure 5).

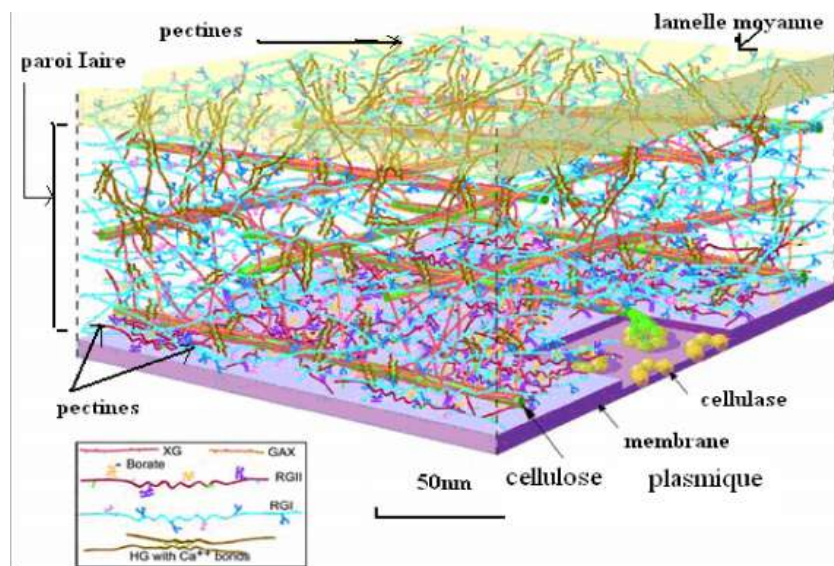


Figure 5. Architecture de la paroi cellulaire et localisation des pectines selon Mc Cann et Roberts (1991) (3 polysaccharides majeurs : pectines, celluloses et hémicelluloses « 90 % du poids sec »).

Le présent chapitre décrira leur structure, leur localisation et biosynthèse dans la paroi végétale, leurs propriétés physico-chimiques et leur mode de dégradation.

II.1. Structure de la pectine :

La molécule de pectine se présente sous la forme d'un polymère linéaire d'acides D-galacturoniques joints en α (1-4) par une liaison glycosidique. À l'état solide ou en solution, la chaîne pectique présente une configuration spiralée avec un pas de 3 (Figure 5).

Selon l'âge des tissus, on rencontre la pectine sous deux formes :

- ▶ la protopectine : insoluble car liée aux autres composants.
- ▶ L'acide pectique : soluble dans l'eau à froid.

La transformation progressive de la protopectine en pectine soluble se fait au cours de la croissance cellulaire, selon des mécanismes enzymatiques complexes qui aboutissent au ramollissement des tissus végétaux (Thibault, 1980).

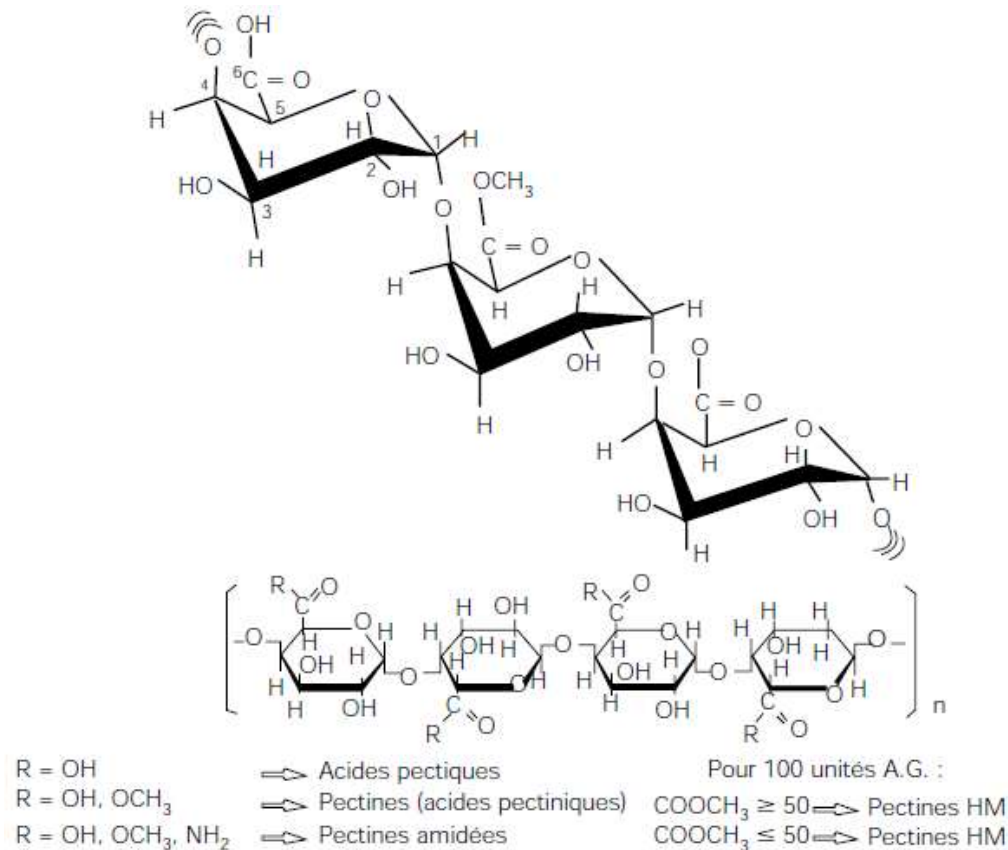


Figure 6. Structure de la pectine.

Toute une série de substitutions, qui en font rarement une structure homogalacturonique simple, se trouve sur le long de la chaîne principale. En effet, les fonctions acides carboxyliques sont plus ou moins estérifiées par du méthanol (Fishman *et al.*, 1986). D'où la détermination du Degré de Méthoxylation (DM) des pectines qui est défini comme étant le nombre de fonctions carboxyliques méthylées pour cent motifs d'acide galacturonique de la chaîne principale.

Les trois entités, homogalacturonane, rhamnogalacturonane et chaînes latérales d'oses neutres (galactanes, arabanes, xylanes, etc.) forment les domaines constitutifs des pectines (Yapo *et al.*, 2006).

L'hydrosolubilité des substances pectiques diminue quand le DM diminue (Lopes da Silva *et al.*, 2006). Les pectines hautement méthylées sont donc très solubles dans l'eau.

II.2. Principales sources de pectine

II.2.1. En général

Les écorces d'agrumes, sont avec le marc de pomme une matière première importante pour l'extraction de la pectine utilisée, en général, comme gélifiant alimentaire.

Néanmoins, de nombreux travaux ont été menés sur l'extraction de pectine, à partir de divers autres fruits. Ainsi des pectines ont été trouvées dans les haricots verts cassés (**Ross et al., 1985**), à partir de carottes (**KAWA et SAW, 1973**), à partir de pomme (**MONY et CRISTIAN, 1950**), à partir de bananes (**GARCES MEDINA, 1968**). D'autres études, ont démontré aussi la présence des pectines dans la framboise noire, la pulpe sèche de prune de cythère et dans la tomate (**BAKER, 1997**).

II.2.2. Les agrumes en particulier

L'Algérie est un pays agrumicole, ce qui lui confère une grande possibilité d'exploitation des résidus d'agrumes pour la production de pectines.

L'industrie de fabrication des jus d'agrumes rejette des résidus constitués par les écorces, les pulpes et les pépins. Les résidus d'orange comme ceux des autres agrumes sont périssables s'ils ne sont pas immédiatement transformés, et les pectines sont considérablement dégradées par les enzymes pectiques qui y sont présentes.

Lors de la production abondante de fruits, il est essentiel de conserver convenablement les résidus qui sont considérables afin de récupérer les pectines. Dans ce sens, **BERK (1969)** affirme que sur une tonne de fruits traités, il reste de 500 à 600 Kg de déchets d'écorces.

La production de pectine à partir de marcs des agrumes séchés présente plusieurs avantages, dont les plus évidents, sont la disponibilité de la matière première durant toute l'année, ainsi que l'obtention d'un rendement plus élevé en pectine (**Crandal et al., 1978 ; Benchabane, 1984 ; Belaid et Raaf, 1993**).

II.3. Propriétés physico-chimiques des pectines

Les substances pectique ont plusieurs propriétés physico-chimiques, celles qui sont importantes pour leurs analyses et justifient leur emploi dans les industries agricoles et alimentaires sont :

II.3.1. Solubilité et la précipitation :

La solubilité des substances pectiques dépend de leur masse moléculaire, de la présence de chaîne latérale et la teneur en degrés de méthylation ainsi que la distribution des groupes méthyles.

D'une façon générale, polyholoside constitué de monomère identiques non substitués, rattachés entre eux par des liaisons 1 → 4 (le cas de liaison 1 → 6 étant à part) est insoluble dans l'eau, car les macromolécules du fait de cette régularité structurale, peuvent facilement s'associer entre elles par de nombreuses liaisons hydrogènes. L'amylose ou la cellulose constituent des exemples illustrant parfaitement ce phénomène.

Ainsi, un acide polygalacturonique, est insoluble dans l'eau et ne deviendra soluble qu'après neutralisation des fonctions carboxylique.

En général, les pectines sont solubles en milieux aqueux (eau, solutions tampons à faible force ionique) comme le formamide, le diméthyl-formamide, et le glycérol (**Voragen et al., 1996**).

II-3-2. Viscosité des pectines

Cette propriété est obtenue quand les molécules modifient le comportement de la phase continue du fait de leur structure (PM/encombrement/...) sans pouvoir créer de zones de jonctions.

Les pectines HM de haut poids moléculaire dans les milieux non propices à la gélification (ex: boisson fruitée) présentent cette propriété.

En ce qui concerne les pectines LM, on parlera plutôt de comportement typiquement viscoélastique, dont chacune des composantes peut être modifiée en fonction, par exemple, de la teneur en calcium du milieu réactionnel. Ces pectines sont largement exploitées dans les confitures, gelées et marmelades.

La viscosité des solutions de pectines totalement méthylées est indépendante du pH au contraire des solutions de pectines comportant des fonctions carboxyliques libres (**Thibault, 1980**).

II-3-3. Pouvoir stabilisant et pouvoir épaississant

Dans ce cas, la propriété recherchée permet d'éviter la séparation d'un milieu hétérogène (ex : mix pour glace/préparation de fruits avec morceaux/boissons cacaoées...). Cette propriété peut être obtenue de différentes manières :

- Soit par augmentation de la viscosité, mais qui peut être un facteur limitant pour certaines applications où une forte viscosité est incompatible avec la rhéologie du produit,
- soit par création d'un réseau suffisamment efficace pour maintenir des particules en suspension mais suffisamment faible pour ne pas être perceptible (ex : les gels-liquides).

Exemple :

Les pectines HM de haut DE possèdent cette propriété spécifique de pouvoir stabiliser des particules de caséines acides, par interaction Pectines HM-caséines, dans des boissons lactières acidifiées.

La pectine agit dans ce cas comme un défloculant et stabilise les caséines par encombrement stérique. En présence de pectine, les particules ne s'agrègent plus et la formation d'un sédiment est évitée.

La stabilité maximale des pectines a lieu à pH 4 (**Sriamornsak, 2003; Voragen et al., 1996**). Pour des pH < 3 et à basse température, les groupements acétyles et méthyles sont déstabilisés et les sucres neutres sont hydroxylés. Si la température est élevée l'hydrolyse est accélérée (**Sriamornsak, 2003**).

1. Propriétés épaississantes

Les pectines sont des matières épaississantes anioniques (**Ptiochina et al., 2008; Herbestreith et Fox, 1998 ; Linden et Lorient, 1994**). L'ajout de pectine à un produit alimentaire complexe, comme la confiture, modifie la perception de la saveur, mais l'effet dépend du type de pectine et des composés d'arôme.

Les systèmes contenant de la caséine avec de la pectine ont attiré une attention considérable des chercheurs concernés par le rôle des interactions protéine-polysaccharide en colloïdes alimentaires.

Matia-merino et al., (2004), ont identifié que la texture et la stabilité des produits à base de lait peuvent être manipulés avec sensibilité par l'addition de la pectine, en raison :

- De ses propriétés gélifiantes/épaississantes (par exemple en crèmes desserts à base de laits acides et non acides) ;

- De ses propriétés stabilisantes (par exemple dans des boissons de yaourt, des boissons de petit lait, des mélanges de lait/jus et des émulsions d'huile en eau).

II.3.4. Pouvoir émulsifiant

L'émulsification est une propriété fonctionnelle normalement liée aux protéines des aliments. En revanche, le caractère principalement hydrophile des polysaccharides signifie qu'ils montrent généralement peu d'activité dans une interface huile-eau et sont donc pas aussi utiles en tant qu'agents émulsifiants.

Dès 1927, l'utilisation de la pectine a été suggérée comme agent émulsifiant dans diverses applications telles que les émulsions d'huiles végétales, de mayonnaise (**Leroux et al. 2003**).

Comme la plupart des polysaccharides, les pectines ne sont pas généralement considérées comme des agents émulsifiants. À l'exception de la pectine acétylée de la betterave sucrière, qui est beaucoup plus tensio-active que les pectines HM ou LM, et aisément capable de produire et de stabiliser l'émulsion d'huile végétale en eau.

La teneur en calcium de la pectine semble avoir un effet important sur la stabilité d'émulsion.

Selon **Herbstreith et Fox (1998)** ; **Yapo et al. (2006)** ; **Ptiochina et al. (2008)**, ce sont les pectines de betteraves et des pectines dépolymérisées d'agrumes et de pommes qui s'avèrent aptes à émulsifier et stabiliser des systèmes bi-phasiques : huile dans eau.

II.3.5. Pouvoir moussant

L'origine moléculaire des capacités considérables d'émulsification et du pouvoir moussant de la pectine est le caractère hydrophobe des groupes acétyles (2-9%) (**Akhtar et al., 2002**).

II.3.6. Pouvoir gélifiant

Les pectines pour ses propriétés gélifiantes, épaississantes et stabilisantes sont largement utilisées dans les industries agro-alimentaires.

Sous certaines conditions bien définies, la pectine peut former une solution visco-élastique et un réseau structural qui sont largement exploités dans les confitures, gelées et marmelades.

Les propriétés fonctionnelles sont sensibles au degré d'estérification (DE), dont la valeur dépend du type de tissu végétal à partir duquel la pectine est extraite.

Un gel est un réseau tridimensionnel de macromolécules incluant un solvant. Celui-ci est provoqué par des changements physiques ou chimiques qui tendent à diminuer la solubilité de la pectine, favorisant la formation de cristallisations locales (May, 1990).

Les pectines hautement méthylées ($DE \geq 50\%$) forment un gel dans un milieu acide à forte teneur en sucre ($>50\%$), alors que les pectines faiblement méthylées ($<50\%$ DE) forment un gel par différents mécanismes en présence des ions de calcium (Akhtar et al., 2002 ; Dennapa et al., 2006 ; Lopes da Silva et al., 2006).

Les gels de pectine HM sont plus faibles que les gels de pectine LM et leur stabilité diminue avec l'augmentation de la température. Les propriétés des gels de pectine sont également affectées par la distribution des charges le long de la chaîne de l'homogalacturonane, la masse moléculaire moyenne de l'homogalacturonane, la concentration ionique de la solution, et la nature du cation de réticulation.

La formation de gel est inhibée par l'augmentation du degré d'acétylation de l'homogalacturonane et par la présence des régions de rhamnogalacturonane I attachées à l'homogalacturonane (O'Neill et al., 2001).

II.3.6.1. Gélification des pectines hautement méthylées (HM)

Les pectines pour lesquelles le DM est supérieur à 50 (53 à 77 %) sont dites fortement méthylées. Elles forment des gels irréversibles en milieu acide pH (2 à 3.8) et en présence de solubles de types polyols, et particulièrement le saccharose, glucose et fructose à des teneurs $> 60\%$ (May, 2000 ; Thibault et al., 2000 ; Multon, 2002), à cela s'ajoute l'activité de l'eau (aw) faible (Dea, 1989) et la température (May, 2000) (figures 2).

La gélification résulte de la formation de zone de jonction entre les régions homogalacturoniques (HG) des molécules pectiques, sous l'action du sucre qui favorise la diminution de l'activité de l'eau (aw) et de l'acide qui réduit les répulsions électrostatiques intermoléculaires (Thibault et al., 2000 ; Multon 2002 ; Herbstreith et Fox, 1998 ; Sharma et al., 2006).

► Mécanisme de gélification

En solution aqueuse diluée, les macromolécules pectiques, sont fortement hydratées et chargées négativement du fait de la dissociation des fonctions carboxylique.

Pour qu'elles puissent se rapprocher et former un gel, il faut que l'hydratation diminue, cette diminution est réalisée par addition de « sucre » (saccharose) en jouant le rôle de fixateur d'eau puissant, et en détruisant l'enveloppe d'hydratation des pectines.



Figure 7. Modèle de gélification des pectines HM (Herbstreith et Fox, 1998).

II.3.6.2. Gélification des pectines faiblement méthylées (LM)

Les pectines pour lesquelles le DM est < de 50 sont dites faiblement méthylées. Elles ont un champ d'application plus vaste que les pectines HM.

Ces pectines forment des gels alimentaires thermoréversibles en présence des ions divalents, en l'occurrence le cation Ca^{++} , le seul utilisé en industrie alimentaire (Yapo, 2007), mais dans une gamme de pH plus large de 2,8 à 7 et en absence de saccharose (Guillotin, 2005).

La gélification est due à la formation des zones de jonction entre les régions HG des deux chaînes pectiques via des ponts Ca^{++} (Sriamornsak, 2003 ; Sharma et al., 2006) en formant de cavités qui permettent l'association des chaînes de pectines par la chélation des ions de calcium, formant un réseau moléculaire sous la forme de "boite à œufs" par analogie aux alginates (Rizzotti, 1994; Charles et Guy, 1997) (figure 3).

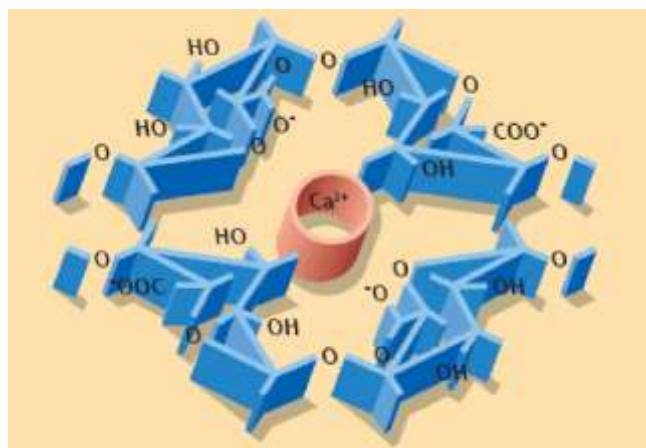


Figure 8. Représentation schématique de la gélification des pectines LM selon le modèle de la boîte à œuf (Rizzotti, 1994 ; Ralet *et al.*, 2002 ; Sharma *et al.*, 2006).

Les différentes étapes de la formation des gels en présence de Ca²⁺ sont résumées dans le schéma suivant.

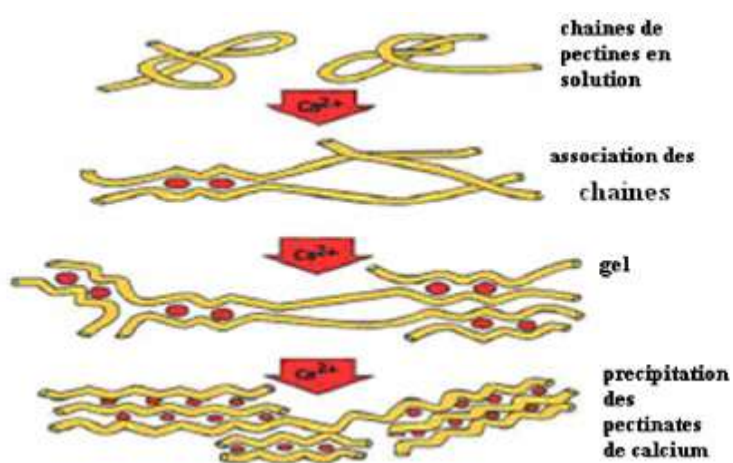


Figure 9 : Etapes de formation des gels en présence de Ca²⁺ (Herbstreith et Fox, 1998)

I.4. Autres degrés de substitution non osidique (DAC) et leurs impacts sur les propriétés fonctionnelles

I.4.1. Exemple du Degré d'acétylation (DAC)

Il est défini comme le pourcentage de résidus galacturosyles estérifiés par un groupement acétyle. Ces groupements se localisent généralement au niveau des résidus rhamno-galacturonanes (Sharma *et al.*, 2006).

Les teneurs de DM et de Dac diffèrent d'une pectine à une autre selon leur origine et les conditions de leur extraction. Les pectines de pommes et d'agrumes sont théoriquement riches en groupements méthyles et pauvres en groupements acétyles, alors que celles d'abricots et de betteraves sont riches en groupements acétyles.

II.5. Dégradation des pectines

➤ Dégradation chimique

Les substances pectiques en solution peuvent subir deux grands types de dégradations : des desésterifications et des dépolymérisations.

- Réactions de desésterifications

C'est un ensemble de réactions classiques qui libèrent le méthanol et forment des pectases.

- Réactions de dépolymérisations

Elles s'effectuent soit par hydrolyse des liaisons α (1-4), soit par des réactions de β -élimination qui provoquent la rupture des liaisons glycosidiques adjacentes en un groupe estérifié entre les résidus d'acides galacturonique et l'apparition d'une double liaison entre les carbones C-4 et C-5 (Morris *et al.*, 2002).

➤ Dégradation enzymatique

Elle fait intervenir plusieurs enzymes à cause, non seulement de leur hétérogénéité et complexité, mais également de la complexité organisationnelle de la paroi.

Les pectinases dégradant les zones lisses des pectines (HG) sont classées en deux catégories, en fonction de la spécificité de la réaction catalysée, du substrat, du mode de coupure et des produits formés : les dépolymérasés et les estérases (pectine acétylestérases et pectine méthylestérases).

La dégradation des rhamnogalacturonanes I (RGI), zones hérissées, implique des enzymes actives sur le squelette principal sur les chaînes latérales (arabinanes, galactanes, arabinogalactanes) et sur les groupements acétyles, présents uniquement sur les chaînes principales.

Les différents clivages de la chaîne principale aboutissent à la production d'acide galacturonique, de rhamnose et ceux des chaînes latérales à la production d'arabinose et/ou de galactose.

Chapitre III
Procédés d'extraction

III.1. Procédés d'extraction et précipitations des pectines

Selon le Journal Officiel des Communautés Européennes, le code relatif aux pectines est E440. Selon la même source, les pectines sont obtenues par extraction, en milieu aqueux, de souches naturelles des plantes comestibles appropriées, généralement d'agrumes ou de pommes. Les seuls précipitants organiques autorisés sont le méthanol, l'éthanol et le propanol-2.

Les pectines sont classées suivant leur mode d'extraction, soit à l'eau chaude pour les pectines hautement méthylestérifiées, soit par des agents chélateurs de cations divalents (EDTA, oxalate d'ammonium) pour les pectines faiblement méthylestérifiées et à l'acide dilué à chaud pour la protopectine (acide polygalacturonique).

► Extraction par hydrolyse acide

La procédure d'extraction habituelle implique l'utilisation d'eau acidifiée à un pH compris entre 1 et 4.5 avec de l'acide minéral, comme l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique ou l'acide nitrique.

Les écorces d'agrumes écrasés sont ajoutées à cette eau acidifiée puis agités légèrement à une température comprise entre 60-95 °C pendant une période comprise entre 30 min et plusieurs heures. Le mélange d'eau solide est ensuite séparé par centrifugation ou filtration.

Dans le filtrat, la pectine est précipitée avec l'addition d'alcool. Le filtrat est concentré par évaporation afin de minimiser la quantité d'alcool utilisée. La pectine isolée est ensuite lavée à nouveau avec de l'alcool, séchée et broyée (**Khan et al., 2015**).

► Extraction par les agents complexants

L'extraction des pectines s'effectue à partir d'un matériel finement broyé en milieu aqueux ou faiblement acide, ou encore en utilisant des agents complexants, comme l'EDTA ou l'oxalate de sodium (**Multon, 1991**).

La pectine est extraite en employant les procédures d'extraction suivantes :

Solubilisation par HCl (pH 2.5, 90°C, 90 minutes); Précipitation soit par l'oxalate d'ammonium (0,25%, pH 3.5, 75 °C, 90 minutes) ou avec de l'EDTA (EDTA : Acide disodique éthylènediamine tétraacétique) (0,5% 90 °C, 90 minutes) (**Kar et al., 1999**).

► Extraction enzymatique

Les pectines et enzymes qui leur sont associées jouent un rôle important dans l'industrie alimentaire, les enzymes dans l'industrie des jus de fruits, les pectines, par leurs propriétés gélifiante et stabilisante.

Aujourd'hui les pectines sont produites par précipitation à partir d'effluents acides, ce qui entraîne un certain nombre de problèmes, comme la corrosion des équipements. De plus, cette hydrolyse incontrôlée résulte en un affaiblissement du degré de polymérisation, paramètre important des pectines commerciales.

L'extraction enzymatique permet de contourner ces problèmes. Des essais d'extraction par différentes enzymes : endoarabinase, galactanase, pectine lyase, endopolygalacturonase ont été effectués. Parmi ces enzymes, l'endopolygalacturonase permet d'obtenir des pectines à haut degré de méthyle estérification. Beaucoup de micro-organismes produisent cette enzyme, mais les levures du genre *Kluveromyces* la produisent comme seule enzyme pectolytique (Donaghy et al., 1994).

► Extraction par Ultrasons

Appliqué à l'extraction des pectines de marc de pomme, la sonication comme préalable de l'extraction augmente de 23 à 28 % les rendements massiques d'extraction sans que la texture du gel obtenue ne soit altérée (Panchev et Kirchev, 1988).

► Extraction par micro-ondes

L'utilisation des microondes pour extraire les pectines diminuerait les temps et donc les coûts d'extraction (Wang et Chen, 2007). Appliquée à l'extraction des pectines à partir de l'albedo des agrumes, l'utilisation des micro-ondes limiterait, en comparaison avec des protocoles conventionnels, les phénomènes de dépolymérisation de ces dernières préservant par voie de conséquence leurs propriétés physico-chimiques (Fishman et Chau, 2000).

► Extraction par Pression

L'extraction des pectines d'agrumes réalisée sous pression, tout en préservant le rendement massique d'extraction, génère, par rapport à des protocoles conventionnels, des extraits de masses moléculaires plus importantes (**Brat et al., 2002**).

► Extraction par Soxhlet

L'extraction des pectines de la paroi exige un milieu aqueux (eau pure, agents chimiques dilués ou enzymes). Cependant, un certain nombre de procédés d'extraction des pectines sont considérés comme physiques (ou mécaniques). Parmi ces procédés insuffisamment précis, se classent l'extraction par Soxhlet ou pression manuelle. L'extraction par Soxhlet donne un rendement pectique plus important que celui par extraction par pression manuelle.

III.2. Rôles des pectines

La pectine est un polysaccharide utilisé en tant qu'agent gélifiant et stabilisant dans les industries de l'alimentation (confiserie), des cosmétiques et des médicaments (**Seggiani et al., 2009**)

► Leur rôle comme additif alimentaire

Dans l'industrie, la pectine est connue pour ses propriétés gélifiantes, épaississantes et stabilisantes. Aujourd'hui la pectine est utilisée comme ingrédient fonctionnel dans diverses applications telles que les yaourts, la confiserie, la préparation des confitures, des gelées, des marmelades et des conserves, qui sont les gels **tartinables** (**N'BeMiller, 2001 ; Marathe et al. 2002**), les boissons au lait acide, des gelées, des préparations de fruits, des boissons aux fruits (**Canteri-Schemin et al, 2005**).

La pectine est un produit naturel et est reconnue pour ses bénéfices nutritionnels. Pour toutes ces raisons, La pectine est un additif alimentaire naturel largement utilisé dans l'industrie alimentaire en tant qu'agent de gélification. Il est également recommandé d'être utilisé comme remplacement de graisse (**Khan et al., 2015**).

La formation des complexes de protéine-polysaccharide peut être utilisée pour améliorer les propriétés fonctionnelles des protéines. Les interactions protéine-pectine améliorent la solubilité, l'émulsification, la gélification et le comportement moussant des concentrés protéiques (**Barrera et al., 2002**).

► Leur rôle comme produit pharmaceutique

La pectine est suggérée pour avoir diverses activités pharmaceutiques, y compris la cicatrisation des plaies, l'inhibition de la lipase, l'apoptose induite par les cellules cancéreuses humaines, ainsi que les effets immunostimulants, anti-métastases, anti-ulcères et cholestérol (Espinal-Ruiz et al., 2016).

Les pectines sont potentiellement utiles en tant que produits pharmaceutiques puisqu'elles ont montré une influence au niveau du cholestérol dans le sérum et pour induire de diverses immuno-réactions, et peuvent éliminer les métaux lourds toxiques auxquels elles se lient.

La pectine entre dans la composition de spécialités pharmaceutiques pour ses propriétés anti-acides (GELOPECTOSE®), hémostatiques (ARHEMAPECTINE ANTIHEMORRAGIQUE®) ou anti-diarrhéiques (TANALONE®) (Jourdain et al., 2005), et peut aussi être utilisée comme adhésif dans la chirurgie dentaire (Boonrod et al., 2006).

► Effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux et en vitamines

Les effets de l'ingestion de pectine peuvent donc être bénéfiques (métaux, radionucléides) mais également délétères (minéraux, vitamines) en fonction des éléments considérés.

Suite à une administration orale de pectine on observe une diminution de l'absorption intestinale des acides aminés, des sucres (tel que le glucose) ainsi que des ions sodiques et chlorures. La structure de la pectine administrée semble avoir une influence sur ces modifications d'absorption intestinale : ainsi, les pectines hautement méthoxylées présentent un effet inhibiteur sur l'absorption de glucose plus important que les pectines faiblement méthylées.

Il est maintenant bien connu que les effets bénéfiques des fibres alimentaires ne doivent pas masquer leurs effets indésirables sur la disponibilité biologique de certains nutriments, notamment des minéraux et des vitamines.

- **Effets de la pectine sur la biodisponibilité en minéraux**

Les effets sur les minéraux dépendent du degré d'estérification et de la nature de la pectine administrée : ainsi, une pectine faiblement méthoxylée diminue l'absorption et la rétention des minéraux, conduisant alors à un déséquilibre des balances des éléments calcium, magnésium et zinc (**Genevois, 2016**)

- **Effets de la pectine sur la biodisponibilité en vitamines**

Plusieurs études ont recherché d'éventuels effets délétères de la pectine sur l'absorption intestinale de vitamines.

Les premiers travaux se sont attachés à déterminer les effets de régimes riches en fibres sur la biodisponibilité en vitamine A, vitamine B12, vitamine B9 et vitamine E. (**Jourdain et al, 2005**).

Matériel et Méthodes

VI. Matériels et Méthodes

VI.1. Matériel

VI.1.1. Matériel Végétal

VI.1.1.1. Origine :

La matière première utilisée dans cette étude est des oranges *Citrus sinensis* L. de deux variétés à savoir la Thomson et la Sanguine, commercialisées dans la Wilaya de Jijel en provenance de la Wilaya de Bejaia.

VI.1.1.2. Echantillonnage

Les échantillons ont été prélevés à partir de différentes caisses constituées de fruit sains et murs, et les plus consommables dans la région de Jijel.

VI.2. Méthodes

VI.2.1. Préparation de la matière première

- **Détermination du pourcentage**

Avant de procéder à la préparation de la matière première, il est important de déterminer le pourcentage des différentes parties constitutives du fruit.

On prélève, au hasard, 3 échantillons d'orange pour chacune des deux variétés (Thomson et Sanguine).

On procède par la suite à la pesée de ces différentes parties préalablement séparées avec un couteau: zest (flavédo), albédo (partie blanchâtre), puis on détermine le pourcentage par rapport au poids total du fruit.

On a aussi mesuré l'épaisseur à l'aide d'un pied à coulisse.

- Dans un 1er temps, les écorces sont séchées à 50 °C dans une étuve ventilée jusqu'à un poids constant puis placées dans des bocaux en verre hermétiques jusqu'à leur utilisation. La teneur en eau après cette étape, mesurée à l'aide d'une balance.

On peut résumer les principales étapes suivies durant notre expérimentation comme suit :

1. Fractionnement

Avant tout, il faut tout d'abord bien laver les oranges une par une. Les écorces ont été par la suite séparées de l'endocarpe à l'aide d'un couteau en acier inoxydable ; elles représentent environ 17 % en masse par rapport au fruit. De cette écorce on enlève le flavédo pour garder seulement la partie albédo qui nous concerne. Celle-ci est coupée ensuite en petits morceaux à l'aide d'un couteau.

2. Séchage

La partie albédo ainsi coupées, est étalée en fine couche sur le papier aluminium. Le tout est placé dans une étuve réglée à 50°C. Laisser sécher jusqu'à ce qu'un poids constant soit atteint (**Genovese et al., 2010 ; Liew et al., 2014**).

Après le séchage, on procède à la pesée de nos échantillons préalablement refroidis dans un dessiccateur. Les échantillons ont été conservés dans des bocaux hermétiques avant d'être broyés.

3. Broyage

L'albédo ainsi séché est broyé afin d'obtenir une poudre en utilisant un broyeur électronique de type DFT-150, Dickson (Chine).

4. Tamisage

La poudre ainsi obtenue est tamisée à l'aide d'un tamiseur manuelle pour l'obtention une poudre de moins de 125 µm.

II.2.2. Teneur en cendres, matière organique, matière minérale, eau

► Teneur en cendres

Elle est déterminée suivant la norme officielle AACC (1995) par minéralisation de 3 à 5 g de poudre (contenus dans des creusets en porcelaine préalablement séchés) dans un four à moufle NAGAT (Tignac, France).

Le creuset de minéralisation à vide est d'abord nettoyé, séché et pesé (M0). Le creuset contenant le produit humide (3 à 5g) est de nouveau pesé (M1) et placé à l'étuve à 105 °C pendant 3 heures.

Après séchage, la coupelle est sortie de l'étuve, puis refroidie dans un dessiccateur (P2O5) avant d'être pesée (M2). Une fois pesé, le creuset est introduit dans le four à moufle à 550 °C pendant environ 6 h, il sera par la suite refroidi dans le dessiccateur et pesé à nouveau.

La teneur en cendres est la masse de produit restante dans le creuset après minéralisation rapportée à la masse sèche totale du produit. Les résultats exprimés représentent la moyenne de quatre essais.

► **Teneur en eau (AOAC)**

$$\text{TE \%} = (P_1 - P_2 / P_1 - P_0) * 100$$

► **Teneur en matière minérale (AOAC)**

$$\text{MM \%} = (\text{poids des cendres} / \text{poids d'échantillon Sec}) * 100$$

► **Teneur en matière organique (AOAC)**

$$\text{MO\%} = 100 - \text{MM\%}$$

TE : teneur en eau

MS : matière sèche

MM : matière minérale

MO : matière organique

(P₀ : poids de coupelle vide, P₁ : coupelle + échantillon, P₂ : coupelle + échantillon après étuve, P₁-P₀ : poids d'échantillon humide, P₂- P₀ : poids d'échantillon sec, P₃ : coupelle + échantillon après four, P₃- P₀ : poids des cendres).

► **Détermination de la matière sèche**

Environ 5 g d'échantillon ont été pesés et séchés pendant 4 h dans un four préchauffé à 103 °C. Après refroidissement pendant 30 min, ils ont encore été pesés et cette valeur a été prise en tant que teneur en matière sèche. Le pourcentage de matière sèche est déterminé par la relation suivante :

$$\%MS = m_{\text{sec}} / m_i \times 100$$

Avec :

m_i : la masse d'échantillon initial (g).

m_{sec} : la masse d'échantillon sec (g) après passage dans l'étuve à 105 °C.

VI.2.3. Méthodes d'extraction de la pectine

VI.2.3.1. Extraction par hydrolyse acide

VI.2.3.1.1. Extraction de la pectine par l'acide Chlorhydrique (Rezzoug et al., 2007) (légèrement modifiée).

La pectine est extraite des peaux d'orange dans une solution d'acide chaud.

La poudre de la partie albédo d'écorce d'orange (1 g) est ajouté à une solution de 20 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N puis porté à ébullition dans un système à reflux à 90 °C pendant 45 minutes.

10 ml du mélange obtenu ont été prélevés après 6 minutes puis plongés dans de la glace afin d'arrêter le processus d'hydrolyse.

Le filtrat est récupéré après filtration sur une grille (dans notre cas avec des compresses de gaz).

La pectine est alors précipitée avec deux volumes d'alcool (éthanol) pour un volume de filtrat.

Le précipité obtenu est lavé par un volume d'alcool à 6,6 % puis centrifugé à 10000 tours par minute pendant 20 minutes.

Le culot est ensuite recueilli, une portion de celui-ci est analysée dans une balance pour la détermination de la quantité de la pectine extraite de 1 g de broyat.

Le rendement en pectine est exprimé en g/100 g de peaux d'oranges séchées.

VI.2.3.1.2. Extraction de la pectine par l'acide citrique

2 g de la poudre d'écorce d'orange, pesé avec une balance analytique, a été mélangé avec 50 ml d'eau distillée et acidifié avec un volume d'acide citrique 0,1 N jusqu'à l'obtention d'un pH de 2.

Le mélange est ensuite agité à l'aide d'un agitateur jusqu'à l'obtention d'une suspension homogène.

L'étape suivante de cette procédure d'extraction est de traiter les échantillons acidifiés à 70 °C dans un bain-marie agitateur.

Le mélange a été maintenu pendant 24 heures à température ambiante.

La pectine précipitée a été récupérée ensuite par centrifugation (Mikro 22R, Hettich, Allemagne) à 6000 rpm pendant 10 minutes.

Les échantillons traités au bain-marie ont été filtrés par la suite et additionné à un double volume d'éthanol à 95% (1: 2 v / v) pour permettre la précipitation de la pectine.

Les échantillons ont été conservés pendant 24 heures à l'ombre et à température ambiante (25 °C) pour permettre la flottation de la pectine qui a ensuite été séparée par filtration et lavée deux fois avec de l'éthanol à 70%.

La pectine obtenue a été séchée dans une étuve jusqu'à poids constant à 65 °C (**Chin et al., 2014**).

Le taux de rendement de la pectine de l'écorce d'orange a été déterminé en gramme de produit obtenu par 2 g de poudre l'écorce d'orange utilisée :

$$\text{Rendement de la pectine (\%)} = \frac{\text{Produit obtenu (g)}}{2\text{g de poudre de fruit}} \times 100$$

VI.2.3.2. Extraction assistée par micro-ondes

❖ Principe

L'extraction assistée par micro-ondes est un processus par lequel l'énergie micro-onde accélère l'extraction. Ce traitement accélère la rupture des cellules en provoquant une augmentation rapide de la température et de la pression interne dans les parois des cellules végétales (Inoue et al., 2010).

❖ Mode opératoire

2 g de poudre d'écorces d'orange sont introduites dans la chambre d'extraction avec 34 ml d'eau acidifiée par l'acide sulfurique (pH=1.4). La puissance micro-ondes appliquée est de 400 W avec une durée de 169s, puis le mélange est centrifugé à 3500 rpm/5minutes. Le liquide a été précipité avec un volume égal d'éthanol à 95% (v / v) (Manar et al., 2013).

La masse de pectine coagulée a été lavée trois fois avec de l'éthanol (v/v) afin d'éliminer les mono et les disaccharides.

Après l'extraction, la pectine humide a été séchée à 50 °C dans une étuve jusqu'à un poids constant. Le rendement en pectine (% P) a été calculé à partir de l'équation suivante :

$$P \% = \frac{M}{M_0} \times 100$$

Avec :

M_0

M_0 (g) : est le poids de la pectine séchée

M (g) : est le poids de la poudre d'écorce d'orange séchée

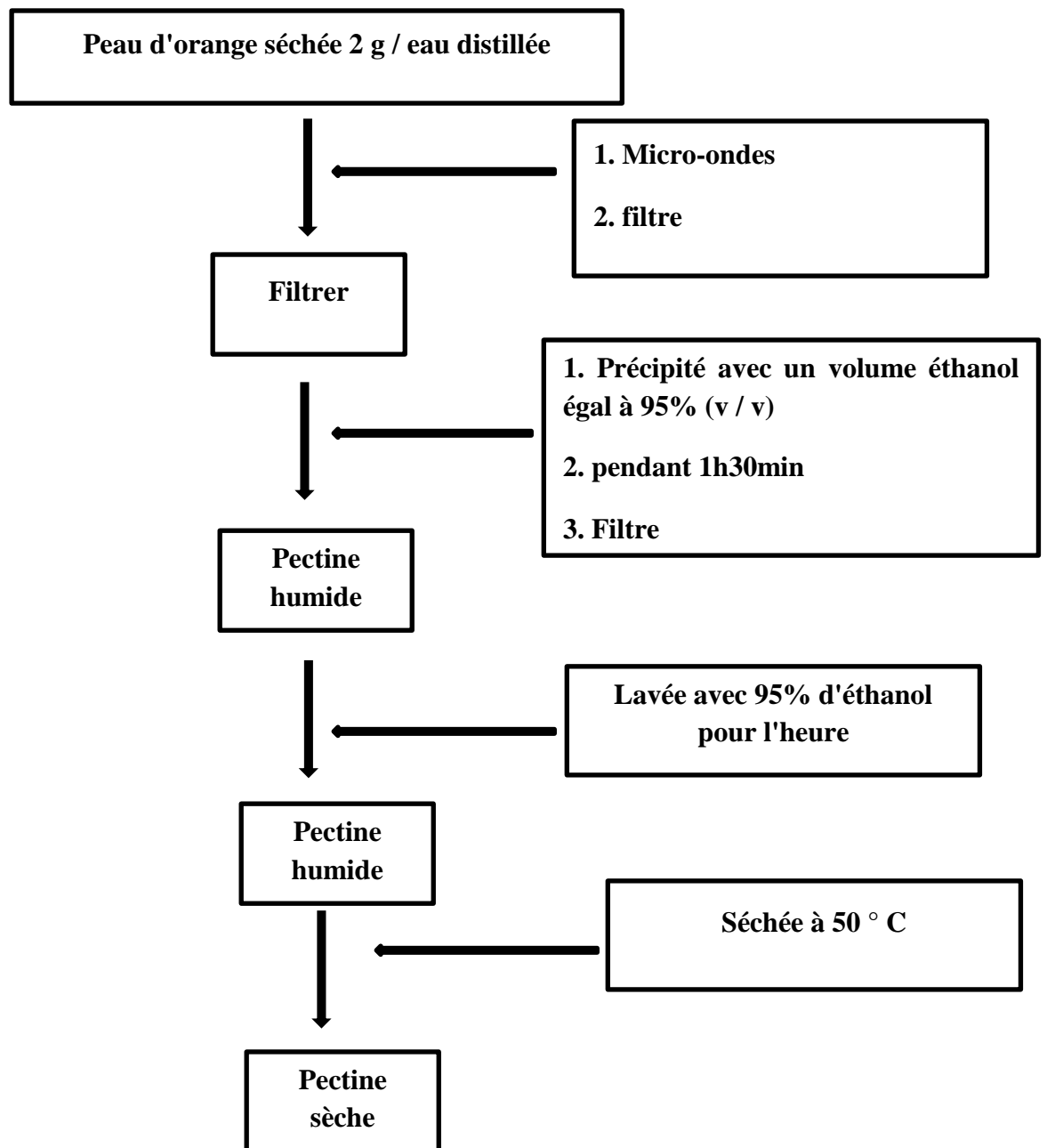


Figure 10. Tableau de flux pour l'extraction de la pectine à partir de l'écorce d'orange.

Après avoir extrait la pectine par les différentes méthodes d'extraction décrites ci-avant, on va faire le test de Pouvoir gélifiant de la pectine extraite

VI.2.4. Pouvoir gélifiant des pectines extraites

Avant de procéder à l'extraction de la pectine contenue dans la poudre d'écorce d'orange utilisée, nous avons testé en premier lieu le pouvoir gélifiant de celle-ci, et par la suite nous l'avons testé sur les pectines extraites par les différentes méthodes d'extraction. Pour cela, on a procédé de la manière suivante :

- 1- Prendre 20 ml d'une solution contenant 5% de poudre d'écorce d'orange.
- 2- Mélanger avec 80 g de solution de saccharose à 75 % acidifié à 1 % avec de l'acide tartrique.
- 3- Laisser reposer 3 heures.

Observation : si la pectine est en quantité et de qualité suffisante, il y aura formation après 2-3 h d'une gelée ferme.

Résultats et discussion

V.1. Propriétés physico-chimique

V.1.1. Détermination du pourcentage des différentes parties d'orange

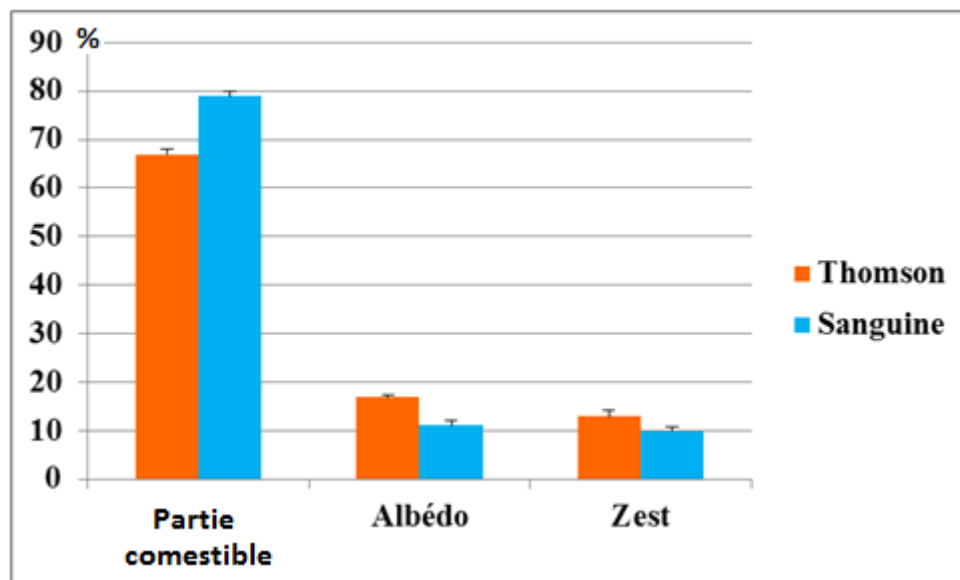


Figure 10. Pourcentage des différentes parties d'orange (Thomson et Sanguine)

Les résultats obtenus, montrent que les différentes parties constitutives de la variété Thomson à savoir la partie comestible, l'albédo et le flavédo (zest), ont des pourcentages en moyenne de : $66.88\% \pm 1.11$, $16.85\% \pm 0.45$, $12.96\% \pm 1.08$, respectivement.

Et pour la variété Sanguine, les valeurs moyennes de ces pourcentages sont de manière respective : $78.98\% \pm 1.05$, 11.01 ± 0.91 , $9.94\% \pm 0.84$.

D'après ces valeurs, nous constatons que la partie Albédo, partie qui nous intéresse dans notre cas, de la variété Thomson avec une valeur d'environ 17% présente un pourcentage plus important que celui de l'albédo de la variété sanguine (11%). Ce qui est intéressant par rapport à la quantité de pectine à extraire. Il faut rappeler également que la variation de ces pourcentages est due à plusieurs paramètres, parmi lesquels on trouve la variété, le stade de maturité, les conditions climatiques, etc.

V.1.2. Détermination du diamètre de l'orange (Thomson et sanguine)

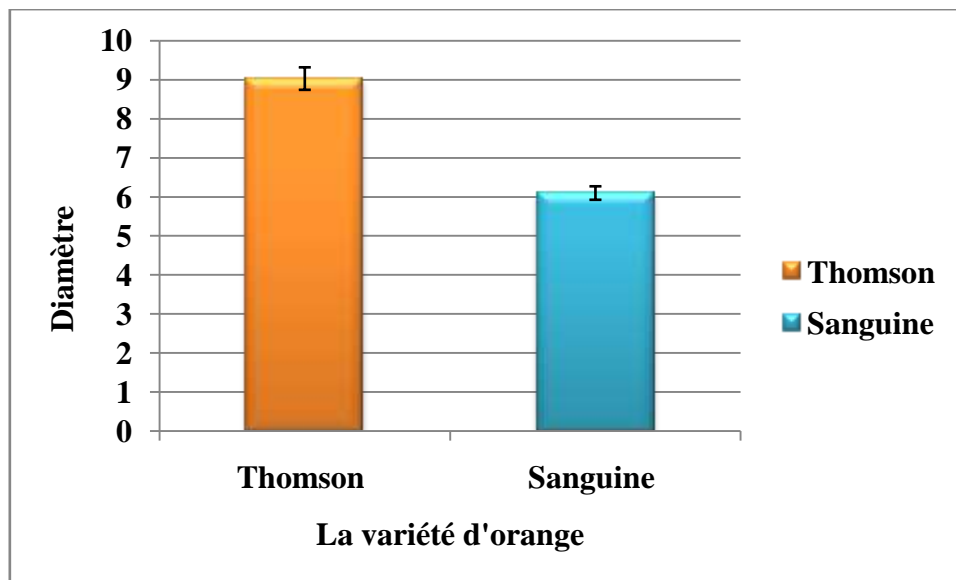


Figure11.Diamètres oranges (Thomson et sanguine) (en cm)

D'après ces résultats (figure 02), les valeurs moyennes des diamètres des deux échantillons d'orange (Thomson et Sanguine), sont de 9.03 cm \pm 0.28 et de 6.1cm \pm 0.17respectivement.

Les deux diamètres sont différentsce qui peut être justifié bien évidemment par la différence entre les variétés ou encore par le stade de leur récolte, etc.

Selon l'étude menée par **METNA et al. (2014)**, le diamètre de la variété d'orange Thomson varie de 6.5 à 9.5cm.

Les oranges avec un diamètre supérieur à 65 mm est un critère acceptable pour le marché des fruits frais ou l'industrie du jus(**Handaji et al., 2013**).

V.1.3. Détermination du séchage

Les courbes de cinétique de séchage des écorces d'orange sont présentées dans la figure 03.

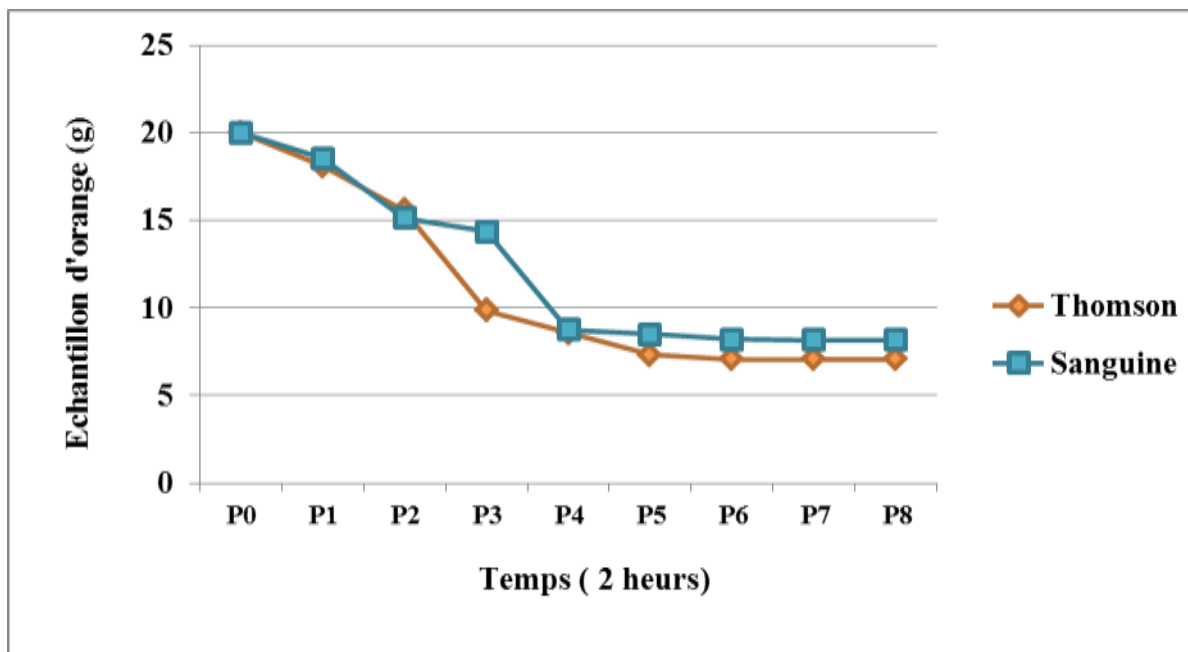


Figure12. Cinétique de séchage des écorces d'orange

D'après les résultats obtenus dans la figure 03, le poids des deux échantillons d'orange (Thomson et Sanguine) diminue avec le temps à une température fixée à 50°C jusqu'à un poids constant.

Les courbes de séchage étaient similaires à celles obtenues pour les peaux provenant de différents agrumes d'après plusieurs études (Garau *et al.*, 2007; Garcia-Perez *et al.*, 2009; Ortuño *et al.*, 2010). La température de séchage a eu une influence importante sur le taux de séchage.

En effet, une température de séchage plus élevée favorise des temps de séchage plus courts, alors que des périodes de séchage plus longues étaient nécessaires à des températures de séchage plus faibles (Garau *et al.*, 2007; Barajas *et al.*, 2012).

L'un des objectifs du séchage est de diminuer la teneur en humidité (inférieure à 8 g / 100 g) pour prévenir la croissance microbologique et les infestations d'acariens et d'insectes dans le produit (Barbosa-Cánovas *et Vega-Mercado*, 1996).

D'après **Erbay et Icier (2009)**, les conditions optimales pour le séchage des peaux d'orange ont été déterminées afin d'atteindre une teneur en humidité de 7,6%.

Selon **Garcia-Perez et al. (2012)**, l'albédo facilite le mouvement de l'eau ceci tient compte également de l'épaisseur totale de la peau d'orange.

V.1.4. Détermination du L'humidité

L'eau est le constituant majeure de la plupart des aliments bien qu'elle n'apporte aucune valeur énergétique aux aliments, son existence joue un rôle très important car elle influence la structure, l'apparence, le goût des aliments et leur susceptibilité à la dégradation (**Pearson, 1976**).

La détermination du contenu en eau est avant tout l'analyse générale la plus fréquente sur les denrées alimentaires (**Isengard, 2001**).

Les taux d'humidité des différents échantillons d'écorce d'orange après l'étape de séchage sont illustrés dans la figure 13.

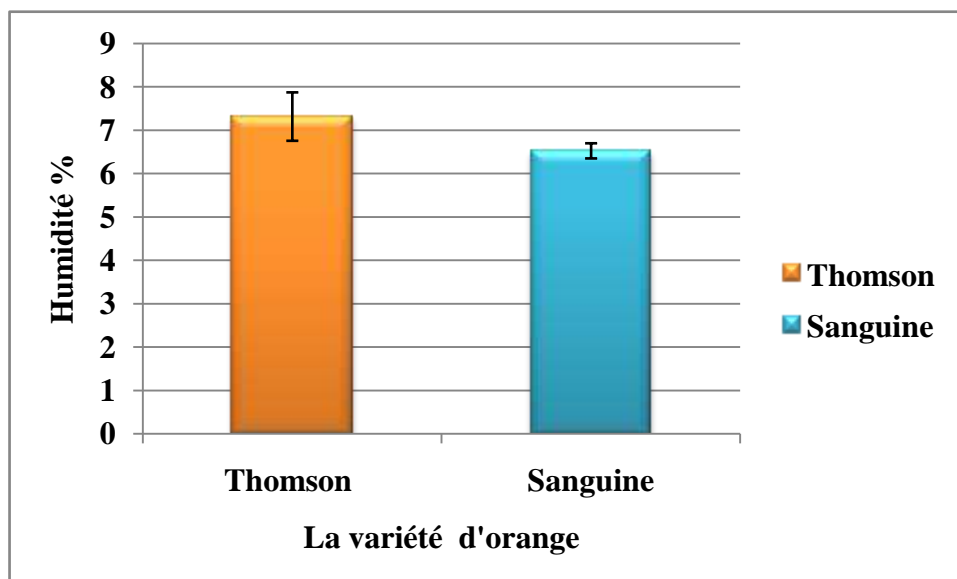


Figure 13 : Taux l'humidité des deux échantillons d'orange après le séchage.

D'après la figure 13, les écorces des deux variétés Thomson et sanguine ont une teneur en eau ($7.31 \% \pm 0.55$, $6.52 \% \pm 0.17$, respectivement) légèrement différentes.

La teneur en humidité de l'écorce d'orange après séchage est de l'ordre de 8%, selon l'étude menée par Erbay et Icier (2009). Cela confirme nos résultats avec des valeurs similaires à celles-ci. On constate également une diminution considérable de la teneur en eau après séchage de l'ordre de 60%, si on compare nos résultats avec ceux obtenus par Osfor et *al.* (2013), qui ont démontré que la teneur en humidité de l'albedo d'orange frais était de 72,6%.

La mesure de l'activité de l'eau garantit ainsi une haute qualité constante des produits.

V.1.5. Détermination de la Teneur en Matière Minérale

Les cendres sont des résidus inorganiques d'un produit après que la matière organique a été enlevée en la brûlant à des températures très élevées. Les cendres peuvent contenir une variété de composés inorganiques, y compris Sodium (Na), Potassium (K), calcium (Ca)...etc.

La détermination du contenu en cendres peut être importante pour plusieurs raisons. Il fait partie de l'analyse proximale pour l'évaluation nutritionnelle.

La teneur en cendres de nos échantillons séchés est présentée dans la figure 14.

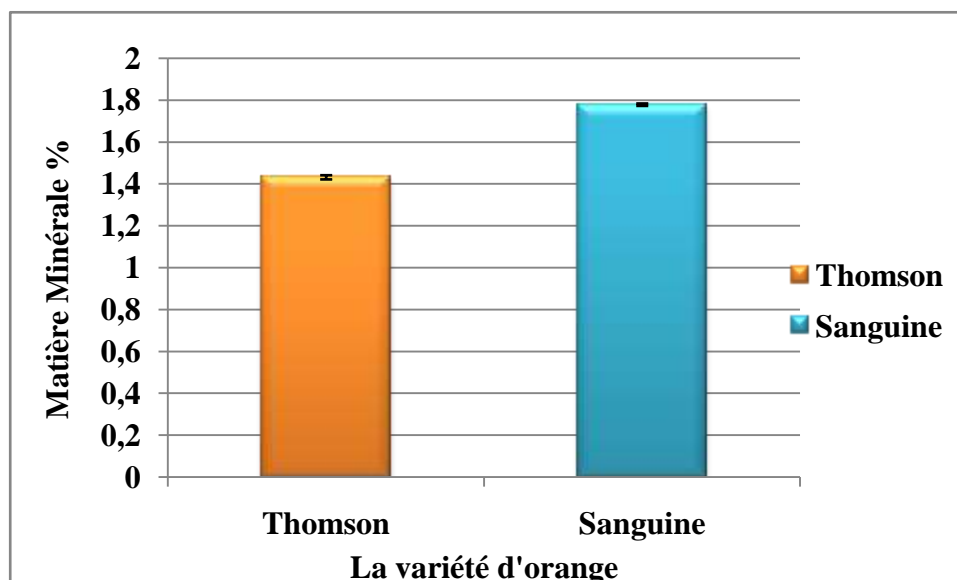


Figure 14. Teneurs en cendres des deux écorces d'orange après séchage.

Les résultats représentés sur la figure 05, montrent que les teneurs en cendres des échantillons d'orange Thomson et sanguine ont des valeurs moyennes de 1.43 % \pm 0.01 et de 1.78 % \pm 0,01, respectivement.

Les résultats obtenus sont similaires à ceux obtenus par **Osfor et al. (2013)**, qui ont trouvé une teneur en cendre d'albédo d'orange en poids sec de 2.3%. Ces résultats sont comparables aussi à ceux de **Dhiman et al. (2011)**, qui ont démontré que la teneur en cendres de la peau du fruit de *C. sinensis* (orange sucrée) étudiée était de 1,91 g.

Le contenu en cendres représente la teneur minérale totale dans les aliments. Bien que les minéraux représentent une faible proportion de matière sèche, souvent moins de 7% du total, ils jouent un rôle important du point de vue physico-chimique, technologique et nutritionnel.

V.1.6. Détermination de la Teneur en Matière Organique

La matière organique comprend les protéines, les graisses, les glucides et la moitié des nutriments qui constituent la majeure partie de tout produit alimentaire (**Perez et andujar, 1980**).

Les résultats obtenus du calcul de la matière organique des deux échantillons d'orange (Thomson et Sanguine) sont représentés dans la figure 15.

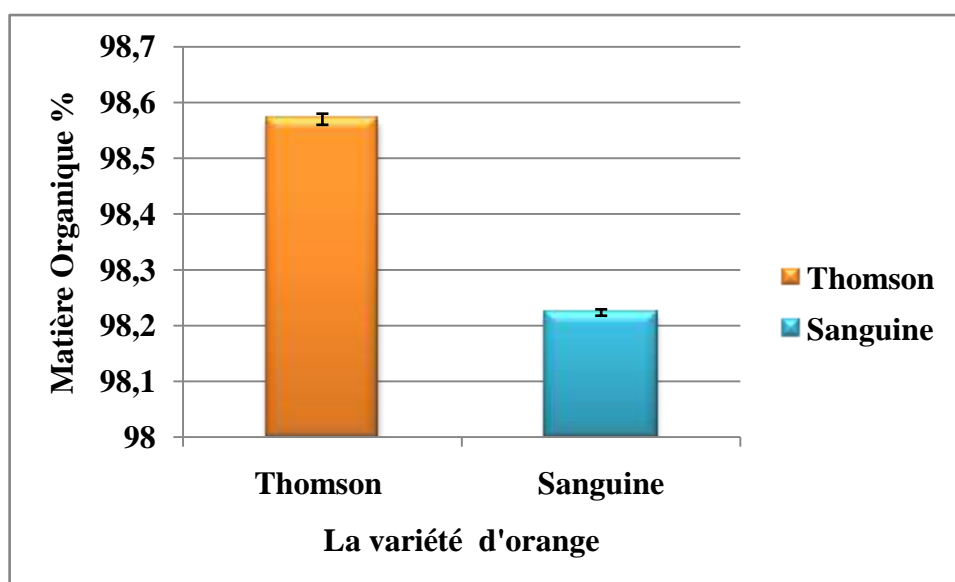


Figure15.Teneur en matière organique des deux variétés.

La figure 05 montre que les valeurs de la teneur en matière organique dans les deux variétés d'orange Thomson et Sanguine ont presque les mêmes valeurs, en moyennes $98.57\% \pm 0.01$ et de $98.22\% \pm 0.00$, respectivement.

V.1.7. Détermination de la Matière sèche

Une faible teneur en eau explique une teneur élevée en matière sèche (**Benhamed, 2007**), cette corrélation négative se manifeste dans nos deux échantillons, comme le démontre la figure 16.

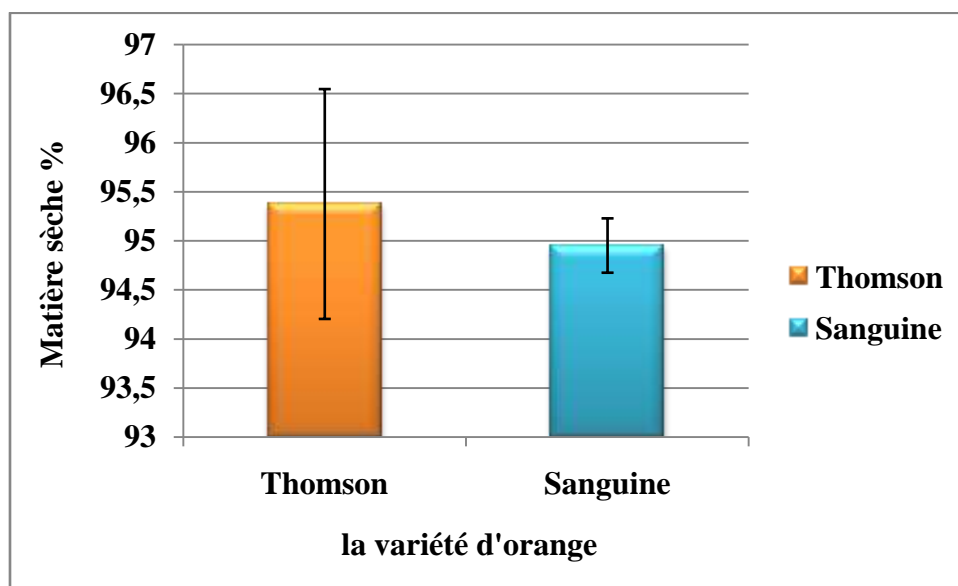


Figure 16. Teneur en matière sèche des deux échantillons de l'orange après séchage.

D'après ces résultats, nous constatons que les teneurs sont très proches avec une teneur légèrement élevée pour variété Thomson séchée ($95.37\% \pm 1.17$), et la variété Sanguine présente une teneur de ($94.95\% \pm 0.27$).

Ces taux dépendent de l'efficacité de séchage, ils se situent dans l'intervalle trouvé par Martin *et al.*, (2010), qui est entre 93.05% et 95% pour les peaux de quelques agrumes et tomates séchés. Des résultats qui concordent avec les notre.

La teneur en matière sèche de l'albédo est constituée majoritairement des protéines et des lipides. Les teneurs élevées en matière sèche obtenues pour les échantillons séchés sont justifiées par une grande quantité d'eau évaporée.

L'échantillon d'orange perd son humidité pendant le séchage ce qui entraîne par conséquent une augmentation de la concentration des protéines et d'autres nutriments par unité de poids que dans leurs homologues fraîches. Ce qui explique l'augmentation du pourcentage des solides totaux dans la composition de nos échantillons.

V.2. Extraction de la pectine

V.2.1. Extraction de la pectine par hydrolyse acide

V.2.1.1. Extraction de la pectine par « acide Chlorhydrique (Rezzoug et al., 2007) ».

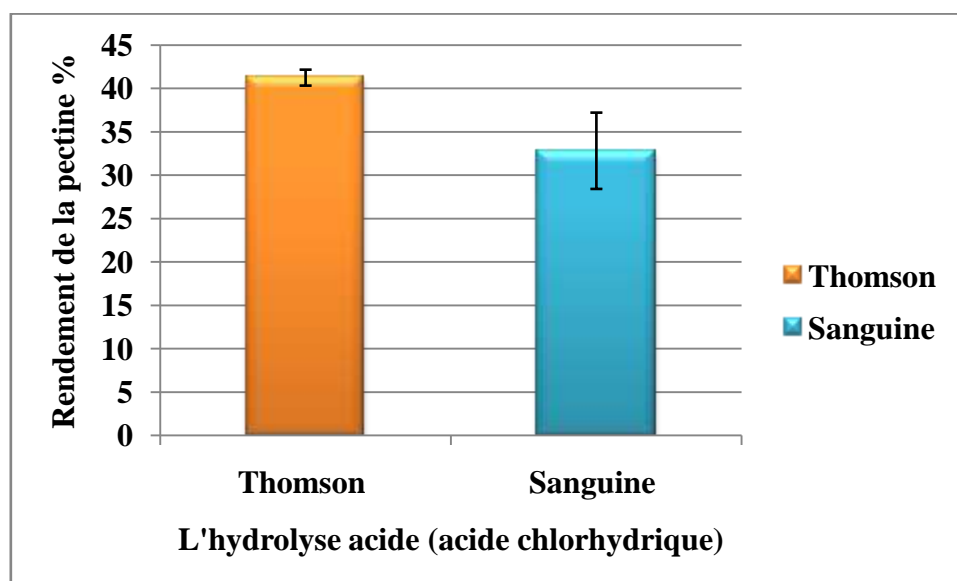


Figure17. Rendement de l'extraction de la pectine par hydrolyse acide (l'acide Chlorhydrique).

D'après la figure ci-dessus, les taux de rendement de la pectine extraite par hydrolyse acide en utilisant l'acide citrique à partir des albédos des deux variétés, ont des valeurs de $41.26\% \pm 0.92$ et de $32.83\% \pm 4.40$, respectivement.

V.2.1.2. Extraction de la pectine par « acide citrique »(Liew et al., 2014) »

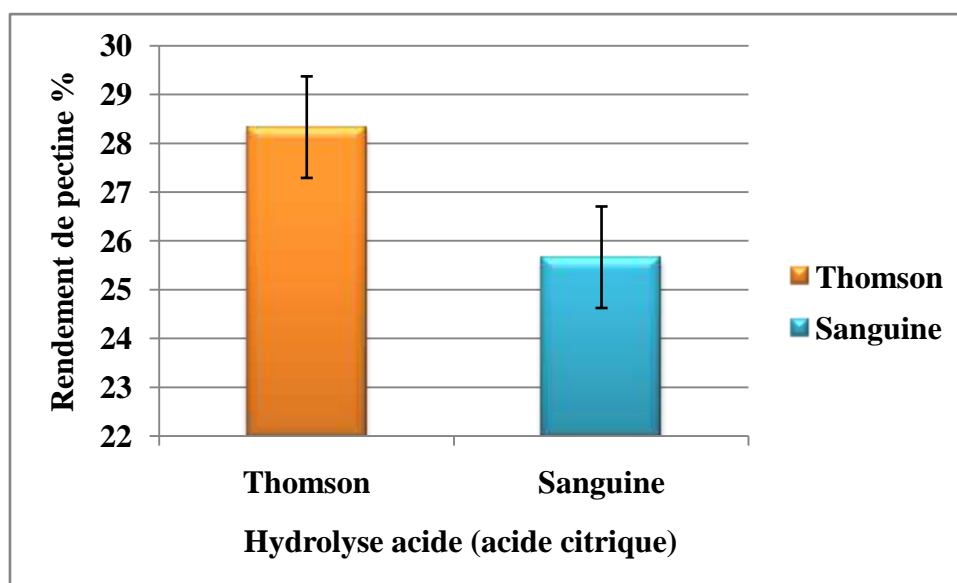


Figure 18. Rendement d'extraction de la pectine par hydrolyse acide (acide citrique).

Les résultats représentés sur la figure ci-dessus, montrent que les taux de rendement de la pectine extraite par hydrolyse acide en utilisant l'acide citrique, ont des valeurs en moyenne de $28.33\% \pm 1.04$ pour la variété Thomson et de $25.66\% \pm 1.04$ pour la variété sanguine.

De ces deux figures (7 et 8), le rendement en pectine a été systématiquement supérieur pour l'albédo de la variété Thomson et cela quelque soit l'acide utilisé pour son extraction, avec un rendement de $41.26\% \pm 0.92$ pour l'acide Chlorhydrique et de $28.33\% \pm 1.04$ pour l'acide citrique.

En comparaison avec les échantillons de la Sanguine, dont les rendements sont de manière respective pour l'acide Chlorhydrique et citrique de $32.83\% \pm 4.40$ et de $25.66\% \pm 1.04$.

Ce que l'on peut déduire de cette analyse, c'est que le rendement dépend de plusieurs paramètres. Dans le présent cas, les paramètres, pouvant influencer ce rendement, sont :

- ✓ l'acide utilisé lors de l'extraction : en effet, pour des deux variétés, c'est l'acide Chlorhydrique qui a montré des rendements en pectines plus importants que l'acide citrique.
- ✓ Variété d'orange: c'est la variété Thomson, quelque soit l'acide utilisé, qui a montré des rendements élevés par rapport à la sanguine.

- ✓ La température et le temps : en effet, ce couple temps /température a une influence considérable sur le rendement en pectine, sachant que celui-ci est différent au niveau des deux protocoles.

La pectine, un polymère glucidique qui est composé d'unités α - (1, 4) liées à l'acide galacturonique, a besoin de temps pour adoucir sa structure pour l'extraction de la pectine. Le rendement de la pectine augmente avec le temps au début de l'extraction car les temps plus longs offrent plus de temps de réaction.

La figure 7 montre que le temps d'extraction de 45 minutes a donné un rendement maximal de pectine.

Selon **Xue et al. (2011)**, le rendement en pectine a diminué après une certaine durée d'extraction. Ce qui explique la diminution du rendement dans le cas de l'acide citrique où la durée est de 24h. Cela peut être éventuellement expliqué par l'effet de l'acide qui a peut-être détruit la liaison glycoside et la liaison ester de la pectine qui entraînera un rendement plus faible.

- ✓ Le séchage : plus l'évaporation de l'eau est importante plus les microcapillarités créées seront importantes. Il s'en suit par conséquent une meilleure accessibilité des réactifs (acides). Dans notre cas, ce paramètre est loin d'être influent car nous avons des taux d'humidité très proches pour les deux variétés.

V.2.2. Extraction assistée par micro-ondes

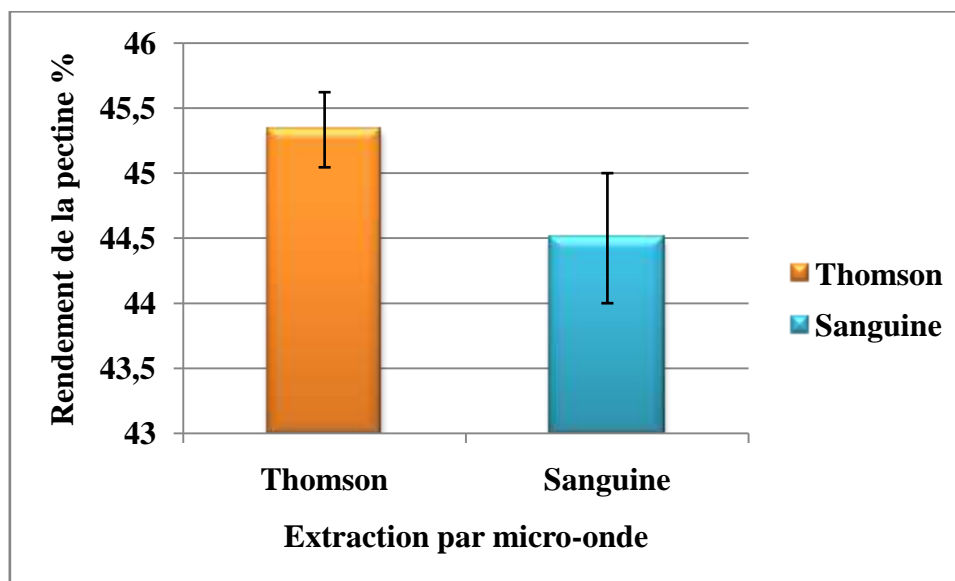


Figure 19. Rendement d'extraction de la pectine par micro-ondes.

D'après cette figure, le rendement de la pectine obtenue par une extraction assistée par micro-ondes en utilisant de l'acide sulfurique, est en moyenne de $45,33\% \pm 0,28$ pour la Thomson et de $44,5\% \pm 0,5$ pour la sanguine. Ces deux valeurs sont très proches.

En revanche si on les compare avec celles obtenues par hydrolyse acide, l'extraction assistée par micro-ondes montre des valeurs de rendement plus élevées. Ces résultats sont confirmés par l'étude menée par Kratchanova et al. (2004), qui ont montré que l'augmentation du rendement en pectine est due à une augmentation des espaces intercellulaires induite par le traitement des peaux d'oranges par micro-ondes.

- **Effet des variables du processus**

1. **Effet de l'énergie des micro-ondes**

L'efficacité d'extraction a été améliorée en augmentant la puissance des micro-ondes de 160-480 W (notre cas est de 400W).

L'extraction accélérée de la pectine en augmentant la puissance des micro-ondes est liée aux effets directs de l'énergie des micro-ondes sur les matériaux végétaux.

D'après **Kratchanova et al.(2004)**, les ondes du micro-onde dégage la matrice de la paroi cellulaire et les tissus de la peau qui sont rapidement et largement ouverts par le micro-ondes.Cela entraînera une interaction accrue entre l'agent d'extraction et le matériau source dans le processus d'extraction.

Selon **Gfrerer et Lank--mayr (2005)**, plus d'énergie électromagnétique est transférée sur les biomolécules, plus le mouvement moléculaire et le chauffage sur le système d'extraction sont plus rapides ce qui améliore l'efficacité d'extraction.

2. Effet du temps d'irradiation

Le temps d'irradiation est l'un des facteurs clés qui affectent le rendement d'extraction de la pectine.

Pour assurer l'extraction maximale de la pectine à partir de la peau d'orange, il est nécessaire de sélectionner un temps d'irradiation approprié.

L'exposition excessive au temps dans le champ hyperfréquence peut provoquer la dégradation de la pectine (**Xianzhe et al. 2011**).

3. Effet du rapport solide-liquide

La quantité de solvant est également un facteur important pour affecter le rendement de la pectine (**Guo et al., 2001**).

V.2.3. Pouvoir gélifiant de la pectine

La photographie de la gelée obtenue est présentée ci-dessous :



Figure20. Photographie de la gelée obtenue.

C'est-à-dire les propriétés fonctionnelles sont sensibles au degré d'estérification (DE), dont la valeur dépend du type de tissu végétal à partir duquel la pectine est extraite.

Les pectines hautement méthylées ($DE \geq 50\%$) forment un gel dans un milieu acide à forte teneur en sucre ($>50\%$), alors que les pectines faiblement méthylées ($<50\%$ DE) forment un gel par différents mécanismes en présence des ions de calcium.

Nous avons réalisé plusieurs essais sur le pouvoir gélifiant que nous avons illustré dans le tableau ci-dessous. Les résultats obtenus nous montrent que le phénomène de gélification dépend de plusieurs paramètres. Sa réussite exige un équilibre entre ces paramètres. Ce qui explique les difficultés rencontrés lors de la réalisation de ces essais avec tant de paramètres à faire varier.

Lagélification des pectines HM dépend en effet de certaines conditions qui peuvent se résumer selon Michel (2002) comme suit:

- la teneur en pectines ;
- la teneur en sucres ;
- le pH.

Un équilibre entre ces trois facteurs permet une bonne gélification (figure10).

Le pH est un facteur important. En pratique, il doit se situer entre 2.9 et 3.3 mais il dépend de la qualité du la pectine.

Les deux autres paramètres physiques qui peuvent aussi exercer une influence sur le phénomène de gélification est le couple temps/température.

D'autre part, la rigidité du gel décroît avec la température. Les chocs mécaniques pendant la phase de Gélification / refroidissement cassent le gel (gel trouble).

Nous avons réalisé plusieurs tests pour le pouvoir gélifiant en variant les différents paramètres soit en terme de quantité des différents ingrédients, soit en modifiant le type d'acide ou encore les deux paramètres temps et température. Les différents tests effectués ainsi que les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 03 : Tests du pouvoir gélifiant.

	ml de la solution	% de poudre d'écorce d'orange	g de solution de saccharose à 75 %	acide tartrique	°C/min	Résultats/photographies
Essai 1	20ml	5%	80	1%	50°C / 30min	■
Essai 2	2ml	5%	8 g	1%	50°C / 30min	■
Essai 3	2ml	5%	8 g	1%	50°C / 15min	■
Essai 4	2.5 ml	5%	8 g	1%	50°C / 30min	■
Essai 5	2ml	5%	8 g	1% (l'acide citrique)	50°C / 30min	■
Essai 6	2.5 ml	5%	7.5 g	1% (l'acide citrique)	50°C / 30min	■
Essai 7	2ml	10%	8 g	1%	50°C / 30min	■
Essai 8	2ml	10%	8 g	1%	50°C / 30min	■
Essai 9	2ml	10%	8 g	1% (l'acide citrique)	50°C / 30min	■
Essai	2ml	15%	8 g	1%	50°C /	Lg

i 10					30min	
Essa i 11	2ml	15%	8 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 12	2ml	20%	8 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Gélification
Essa i 13	2.5ml	20%	7.5 g	1%	50°C / 30min	■
Essa i 14	2.5ml	20%	7.5 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 15	5ml	20%	8 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 16	5ml	20%	5 g à 65%	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Gélification
Essa i 17	5ml	20%	8 g à 65%	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 18	5ml	20%	5g à 65%	/	50°C / 30min	Gélification
Essa i 19	5ml	20%	5 g à 65%	/	50°C / 30min	Lg
Essa i 20	5ml	20%	8 g à 65%	1%(l'acide tartrique)	50°C / 30min	-
Essa i 21	2ml	5% Pectine commerciale	8 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	-
Essa i 22	2ml	5% Pectine commerciale	8 g	1%(l'acide tartrique)	50°C / 30min	-
Essa i 23	2ml	5% Pectine commerciale	8 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 24	2.5ml	5% Pectine commerciale	7.5 g	1%(l'acide tartrique)	50°C / 30min	-
Essa i 25	2.5ml	5% Pectine commerciale	7.5 g	1%(l'acide citrique)	50°C / 30min	-
Essa i 26	2ml	20% Pectine extraite par HCl	8 g	0.1 % (l'acide citrique)	50°C / 30min	
Essa i 27	5ml	20% Pectine commerciale	5 g	0.1 % (l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg
Essa i 28	2ml	20% Pectine extraite par citrique	8 g	0.1 % (l'acide citrique)	50°C / 30min	Gélification
Essa i 29	5ml	20% Pectine commerciale	5 g	1%(l'acide citrique à 65%)	50°C / 30min	Lg
Essa	2ml	20% Pectine	8 g	0.1 %	50°C /	Lg

i 30		extraite par Micro - ondes		(l'acide citrique)	30min	
Essa i 31	5ml	20% Pectine extraite par Micro - ondes	5 g	0.1 % (l'acide citrique à 65%)	50°C / 30min	Lg
Essa i 32	5ml	20% Pectine extraite par Micro - ondes	5 g	0.1 % (l'acide citrique à 65%)	50°C / 30min	Lg
Essa i 33	2ml	20% Pectine extraite par Micro - ondes	8g	0.1 % (l'acide citrique)	50°C / 30min	Lg

Avec :

Lg : légèrement gélifier.

(-): Résultat négative.



Figure 21. photographied'une gelée réussie.

Conclusion

Au terme de la présente étude nous avons constaté et confirmé ce qui est rapporté en bibliographie que les écorces d'oranges présentent un rendement important en pectine et que c'est l'albédo de la Thomson qui possède des valeurs plus élevées que celui de la Sanguine. Ainsi elles sont considérées comme une source importante de pectines.

Ce travail nous a permis, de caractériser et décrire les différentes méthodes d'extraction de façon qualitative et quantitative.

Nous avons pu constater aussi, que la meilleure valeur du rendement est celle de la pectine extraite par la méthode assistée par micro-ondes avec une valeur de 45.33% pour la Thomson et 44.5 % pour la sanguine, suivie par celle de l'hydrolyse par l'acide chlorhydrique avec des valeurs respectives de 41.26% et de 32.83%, et vient en dernière position celle utilisant l'acide citrique montrant des valeurs largement inférieures aux précédentes, 28.33% et 25.66 %.

On peut conclure que la méthode d'extraction assistée par micro-ondes est la plus efficace avec des rendements intéressants plus élevés que ceux obtenus par hydrolyse acide chlorhydrique et par l'acide citrique, en termes de quantité.

Cette différence peut s'expliquer par la dégradation de la pectine lorsqu'on utilise la méthode par hydrolyse acide car la pectine est un polysaccharide fragile qui peut se dépolymériser par des traitements thermiques même modérés en milieu légèrement acide à neutre. Elle est aussi étroitement liée à plusieurs paramètres que nous avons cités auparavant.

La majorité des résultats obtenus présentant une conformité avec les normes.

La méthode d'extraction par microonde permet donc d'obtenir un produit de meilleure qualité et plus pur, mais tout en respectant les conditions d'extraction (temps et température) pour un minimum de perte.

Nous avons constaté aussi, que c'est la pectine précipitée de la variété Thomson qui présentait une meilleure gélification plus particulièrement celle obtenue par hydrolyse utilisant l'acide chlorhydrique.

Afin de mieux étudier l'extraction de la pectine dans le but d'augmenter son potentiel d'utilisation, il serait souhaitable d'approfondir cette étude en optant pour d'autres méthodes d'extraction telle que la méthode enzymatique et aussi de faire une étude approfondie sur la qualité des pectines obtenues à savoir la caractérisation des oses, dosages des acides uroniques, détermination du degré de méthyl-estérification et leurs activités émulsifiante, stabilisante,

Conclusion

etc. L'utilisation de la méthodologie des plans d'expériences est préconisée pour mieux mener l'étude sur le pouvoir gélifiant de la pectine.

*Références
bibliographiques*

A

Abd El-aal, H. A., &Halaweish, F. T. (2010). Food preservative activity of phenolic compounds in orange peel extracts (*Citrus sinensis* L.). *Lucrări Științifice*, 53, 233-240.

Akhtar, M., Dickinson, E., Mazoyer, J., &Langendorff, V. (2002). Emulsion stabilizing properties of depolymerized pectin. *Food Hydrocolloids*, 16(3), 249-256.

B

Bachès Bénédicte et Michel (2011). Agrumes : Comment les choisir et les cultiver facilement. Ed. *Ulmer*. 91-93.

Baker, R. A. (1997). Reassessment of some fruit and vegetable pectin levels. *Journal of Food Science*, 62(2), 225-229.

Barrera, A. M., Ramirez, J. A., González-Cabriales, J. J., &Vázquez, M. (2002). Effect of pectins on the gelling properties of surimi from silver carp. *Food Hydrocolloids*, 16(5), 441-447.

Belaide. M.M ; raaf. D. (1993) Extraction et qualité des différent compartiment du fruit de trois types d' agrumes (citron, pomelo et ornage). Thèse d'ingénieur en agronomie, INA, Alger, 46 p.

Benavente-Garcia, O., & Castillo, J. (2008). Update on uses and properties of citrus flavonoids: new findings in anticancer, cardiovascular, and anti-inflammatory activity. *Journal of agricultural and foodchemistry*, 56(15), 6185-6205.

Benchabane, A. (1984). *Extraction et appréciation des substances pectiques à partir des résidus de fabrication des jus d'oranges et de pomelo* (Doctoral dissertation, Université Abderrahmane Mira de Béjaia).

Berset (2006). Antioxydant phénoliques- Structure, propriétés et sources végétales. In : *Polyphénols en agroalimentaire*. 264-290.

Beton, C., Brochard, G. (1993). Paris : l'université de l'orange.p.19-45.

Bicu, I., & Mustata, F. (2011). Cellulose extraction from orange peel using sulfite digestion reagents. *Bioresource technology*, 102(21), 10013-10019.

Boonrod, D., Reanma, K., & Niamsup, H. (2006). Extraction and physicochemical characteristics of acid-soluble pectin from raw papaya (*Carica papaya*) peel. *Chiang Mai J Sci*, 33(1), 129-135.

Brat P., Olle D., Reynes M., Alter P., (2002). Low pressure procedure for manufacture of pectin rich citrus extract. brevet n° WO 2002013634.

Bringer, M. C., Dali, H., Hilaire, Ch., Orsini, Ph., Roels, A., Zuddas, D., (2004). Arbres à fruits et à fleurs. Hachette collection, page.58.59. ISBN 2-84634-304-7.

C

Canteri-Schemin, M. H., Fertoni, H. C. R., Waszczyński, N., & Wosiacki, G. (2005). Extraction of pectin from apple pomace. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48(2), 259-266.

Cibele Freitas de Oliveira, C. F., Giordani, D., Lutckemier, R., Gurak, P. D., Cladera-Olivera, F., & Marczak, L. D. F. (2016). Extraction of pectin from passion fruit peel assisted by ultrasound. *LWT-Food Science and Technology*, 71, 110-115.

Crandall, P. G., Braddock, R. J., & Rouse, A. H. (1978). Effect of drying on pectin made from lime and lemon pomace. *Journal of Food Science*, 43(6), 1680-1682.

Cristian, H., Nelly, O., Jean-Claude, L. (2002). Mémento fruits et légumes. 6 Ed. Centre technique interprofessionnel des fruits et légumes, Ctifl. Paris. p139. ISBN 2-87991-1811.

D

Davies, F. S., & Albrigo, L. G. (1994). *Citrus*. Cab International.

Dennapa B., Kamonrad R. & Hataichanoke N., (2006). Extraction and Physicochemical Characteristics of Acid-Soluble Pectin from Raw Papaya (*Carica papaya*) Peel. *Chiang Mai J. Sci.*, 33 (1) : 129-135.

Donaghy, J. A., & McKay, A. M. (1994). Pectin extraction from citrus peel by polygalacturonase produced on whey. *Bioresource technology*, 47(1), 25-28.

.Doran, J. B., Cripe, J., Sutton, M., & Foster, B. (2000). Fermentations of pectin-rich biomass with recombinant bacteria to produce fuel ethanol. *Applied biochemistry and biotechnology*, 84(1), 141-152.

E

Erlund, I. (2004). Review of the flavonoids quercetin, hesperetin, and naringenin. Dietary sources, bioactivities, bioavailability, and epidemiology. *Nutrition Research*, 24(10), 851-874.

Espinal-Ruiz, M., Restrepo-Sánchez, L. P., Narváez-Cuenca, C. E., & McClements, D. J. (2016). Impact of pectin properties on lipid digestion under simulated gastrointestinal conditions: comparison of citrus and banana passion fruit (*Passiflora tripartita* var. *mollissima*) pectins. *Food Hydrocolloids*, 52, 329-342.

Ezejiolor, T. L. N., Eke, N. V., Okechukwu, R. I., Nwoguikpe, R. N., & Duru, C. M. (2011). Waste to wealth: Industrial raw materials potential of peels of Nigerian sweet orange (*Citrus sinensis* L.). *African Journal of Biotechnology*, 10(33), 6257-6264.

F

F. Metna, DJ. Sadoudi-ali Ahmed S. kherroubi.(1824). Effect des parametres physico-chimiques sur l'infestation des fruits par *Ceratitis Capitata* Wiedemann, (Diptera : tephretidae). afpp – dixième conférence internationale sur les ravageurs en agriculture Montpellier.

Fishman, M. L., Chau, H. K., Hoagland, P., & Ayyad, K. (1999). Characterization of pectin, flash-extracted from orange albedo by microwave heating, under pressure. *Carbohydrate research*, 323(1), 126-138.

FISHMAN, M. L ; PEPPER, L ; DAMERT, W. C ; BAFORD, R. A (1986). Chemistry and function of pectins, (Fishman M. L and JEN JJ eds.), ACS symposium series 310, Washington.33p.

G

Garg, A., Garg, S., Zaneveld, L. J. D., & Singla, A. K. (2001). Chemistry and pharmacology of the citrus bioflavonoid hesperidin. *Phytotherapy Research*, 15(8), 655-669.

Genevois, N. (2016). Biosorption de l'arsenic et du césium par des écorces forestières activées: Etude de l'optimisation des propriétés de biosorption par modification chimique (Doctoral dissertation, Limoges).36p.

Ghorraf, S., & Boumenad, H. (2016). Contribution à l'étude de confuage des fruits pour deux catégorie différentes «Ecorce d'oranges et Abricots » (Doctora dissertation).47p.

Grohmann, K., Cameron, R. G., & Buslig, B. S. (1995). Fractionation and pretreatment of orange peel by dilute acid hydrolysis. *Bioresource Technology*, 54(2), 129-141.

H

Handaji, N., Benyahia, H., Arsalane, N., Ben Azouz, A., & Gaboun, F. Evaluation pomologique et organoleptique de 34 variants d'orangers (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) issus de semis apomictique en essai dans la région du Gharb.

Hennebelle, T., Sahpaz, S., & Bailleul, F. (2004). Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 2(1), 3-6.

Herbstrieth & Fox (1998). Chances and limits for the use of pectin as emulsifier. Corporate Group. Turnstraße 37.75305 Neuenbürg/Württ. Germany, 1-14.

I

Inoue, T., Tsubaki, S., Ogawa, K., Onishi, K., & Azuma, J. I. (2010). Isolation of hesperidin from peels of thinned *Citrus unshiu* fruits by microwave-assisted extraction. *Food Chemistry*, 123(2), 542-547.

J

Jourdain J.R., Dublineau I. & Phan G., (2005). Evaluation de l'emploi de la pectine chez les enfants vivant sur les territoires contaminés par le césium. Rapport de Direction de la Radioprotection de l'Homme. Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN).36p

Journal officiel des Communautés européennes. 09/12/1998. L334, pp 24.

K

- KammounBejar A., Mihoubi N. B etKechaou N. (2012). moisture Sorption isotherms- Experimental and mathematical investigations of orange(Citrus sinensis) peel and leaves. *Food Chemistry*, 132(4), 1728-1735.
- Kanmani, P., Dhivya, E., Aravind, J., &Kumaresan, K. (2014). Extraction and analysis of pectin from citrus peels: augmenting the yield from citrus limon using statistical experimental design. *Iran J energy Environ*, 5, 303-312.
- Kar, F., &Arslan, N. (1999).Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity–molecular weight relationship. *Carbohydrate polymers*, 40(4), 277-284.
- Kratchanova, M., Pavlova, E., & Panchev, I. (2004). The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. *Carbohydrate polymers*, 56(2), 181-185.
- Khan, M., Bibi, N., & Zeb, A. (2015). Optimization of process conditions for pectin extraction from citrus peel. *Science Technology and Development*, 34(1), 9-15.
- Khule, R., Mahale, N. B., Shelar, D. S., Rokade, M. M., &Chaudhari, S. R. (2012). Extraction of pectin from citrus fruit peel and use as natural binder in paracetamol tablet Nilesh. *Der Pharmacia Lettre*, 4(2), 558-564.
- Khule, N. R., Mahale, N. B., Shelar, D. S., Rokade, M. M., &Chaudhari, S. R. (2012).Extraction of pectin from citrus fruit peel and use as natural binder in paracetamol tablet. *Der Pharmacia Lettre*, 4(2), 558-564.
- Kimball A. D. (1999). Desscription of Citrus Fruit.In : Citrus Processing. 2ème edition: dAspen Publication, London: 7-37.
- Kuljarachanan, T., Devahastin, S., &Chiewchan, N. (2009). Evolution of antioxidant compounds in lime residues during drying. *Food Chemistry*, 113(4), 944-949.

L

Larrauri, J., Rupérez, P., Bravo, L., & Saura-Calixto, F. (1996). High dietary fibre powders from orange and lime peels: associated polyphenols and antioxidant capacity. *Food Research International*, 29(8), 757-762.

Leroux, J., Langendorff, V., Schick, G., Vaishnav, V., & Mazoyer, J. (2003). Emulsion stabilizing properties of pectin. *Food Hydrocolloids*, 17(4), 455-462.

Liew, S. Q., Chin, N. L., & Yusof, Y. A. (2014). Extraction and characterization of pect from passion fruit peels. *Agriculture and Agricultural Science Procedia*, 2, 231-236.

Lim, J., Min, B., Yu, J. K., Sanghoon, K., Kang, G. C., & Suyong, L. (2012). Extraction and characterization of pectins from agricultural byproducts; conventional chemical versus eco-friendly physical/enzymatic treatments. *Food hydrocolloids*, 29, 160-65.

Linden G., & Lorient G., (1994). *Biochimie agro-industrielle*. Masson (Ed.), Paris, Milan, Barcelone, pp 367.

Liu, Y., Shi, J., & Langrish, T. A. G. (2006). Water-based extraction of pectin from flavedo and albedo of orange peels. *Chemical Engineering Journal*, 120(3), 203-209.

Lopes Da Silva J. A. & Rao M.A. (2006). Pectins: structure, functionality, and uses. In *food polysaccharides and their applications*, Second Edition. Taylor & Francis Group, LLC, pp 353-411.

Lu, D., Cao, Q., Li, X., Cao, X., Luo, F., & Shao, W. (2009). Kinetics and equilibrium of Cu (II) adsorption onto chemically modified orange peel cellulose biosorbents. *Hydrometallurgy*, 95(1), 145-152.

Ladaniya S.M. (2008). *Citrus fruit biology, technology, and evaluation*. Ed: Elsevier, 1-178.

M

Ma, Y. Q., Chen, J. C., Liu, D. H., & Ye, X. Q. (2009). Simultaneous extraction of phenolic compounds of citrus peel extracts: effect of ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16(1), 57-62.

Mandalari, G., Bennett, R. N., Bisignano, G., Trombetta, D., Saija, A., Faulds, C. B., Gasson M.J. & Narbad, A. (2007). Antimicrobial activity of flavonoids extracted from bergamot (*Citrus*

bergamiaRisso) peel, a byproduct of the essential oil industry. *Journal of Applied Microbiology*, 103(6), 2056-2064.

Manner, H. I., Buker, R. S., Smith, V. E., Ward, D., &Elevitch, C. R. (2006). Citrus (citrus) and Fortunella (kumquat). *Species profile for pacific island agroforestry*, 2, 1-35.

Maran, J. P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., & Sridhar, R. (2013). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydrate polymers*, 97(2), 703-709.

Martin A et Mohand A. (2010). Valorisation de résidus de transformation industrielles des tomates. Mémoire ingénieur agronome, science alimentaire, université Saad dahleb de Blida.

Matia-Merino, L., Lau, K., & Dickinson, E. (2004).Effects of low-methoxylamidated pectin and ionic calcium on rheology and microstructure of acid-induced sodium caseinate gels. *Food Hydrocolloids*, 18(2), 271-281.

May C.D., (2000).Pectins.In : Handbook of hydrocolloids. CRC Press (Ed). USA, Chapter 10, pp 169-188.

Morris, G. A., Foster, T. J., & Harding, S. E. (2002). A hydrodynamic study of the depolymerisation of a highmethoxy pectin at elevated temperatures. *Carbohydrate polymers*, 48(4), 361-367.

Multon J.L., (1991). Techniques d'analyses et de contrôles dans les Industries Agro-Alimentaires. Volume 4 : analyse des constituants alimentaires. Édition Lavoisier-Tech &Doc APRIA. Paris. 476p.

N

Nicolosi, E. (2007). Origin and taxonomy. *Citrus genetics, breeding and biotechnology*.ED.UK.London. 19-43.

O

O'Neill A.M., Darvill A.G. &Albersheim P., (2001).Pectic Substances. Encyclopedia of Life Sciences, John Wiley & Sons (Ed), pp 1-11.

P

Pandharipande, S., & Makode, H. (2012). Separation of oil and pectin from orange peel and study of effect of pH of extracting medium on the yield of pectin. *J. Eng. Res. Stud*, 3(2), 6-9.

Pena L., Cervera M., Fagoga C., Romero J., Juarez J., Pina J.A. et Navarrol L. (2007). *Citrus. Biotechnology in Agriculture and Forestry* :35.

Ptichkina, N. M., Markina, O. A., & Romyantseva, G. N. (2008). Pectin extraction from pumpkin with the aid of microbial enzymes. *Food hydrocolloids*, 22(1), 192-195.

Panchev I., Kirchev N., Krachanov Kh., Improving pectin technology .Extraction using ultrasonic treatment, *International Journal of Food Science and Technology*, 1988, 23(4), 337-341.

R

Rezzoug, S. A., Maache-Rezzoug, Z., & Allaf, K. (2007, October). Etude de la disponibilité de la pectine extraite à partir d'écorces d'oranges suite à un prétraitement thermomécanique. In 11ème Congrès de la Société Française de Génie des Procédés-SFGP 2007 (Vol. 96, pp. CD-ROM).

Rizzotti, R. (1994). Les agents de texture épaississants, gélifiants, stabilisants. *Industries alimentaires et agricoles*, 111(9), 563-573.

Robert, H. S., & Friml, J. (2009). Auxin and other signals on the move in plants. *Nature chemical biology*, 5(5), 325-332.

Rouse, A. H., & Crandall, P. G. (1978). Pectin content of lime and lemon peel as extracted by nitric acid. *Journal of Food Science*, 43(1), 72-73.

S

Salas, M. P., Céliz, G., Geronazzo, H., Daz, M., &Resnik, S. L. (2011). Antifungal activity of natural and enzymatically-modified flavonoids isolated from citrus species. *Food Chemistry*, 124(4), 1411-1415.

SARAOUI. N 2010: Filière agrumicole en Algérie : développement et encadrement. *Revue Green Algérie*. N°31 janvier 2010, pp. 20,23.

Seggiani, M., Puccini, M., Pierini, M., Giovando, S., &Forneris, C. (2009). Effect of different extraction and precipitation methods on yield and quality of pectin. *International journal of food science & technology*, 44(3), 574-580.

Shaha, R. K., Punichelvana, Y. N. A., &Afandi, A. (2013). Optimized extraction condition and characterization of pectin from kaffir lime (*Citrus hystrix*). *Research Journal of Agriculture and Forestry Sciences* ISSN, 2320, 6063.

Sharma B.R., Naresh L., Dhuldhoya N.C., Merchant S.U. & Merchant U.C. (2006).An overview on pectins. *Times Food Processing Journal, India*, pp 44-51.

Sriamonrnsak P. (2003). Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses: a review. pp 206 228.

Stolle-Smits J., Beekhuzen J.G., Recourt K., Voragen A.G.J., Dijk C.V. &Agric J. (1998). Changes in pectic and hemicellulosic polymers of green beans during industrial processing. *Food Chemi.*, in press ,72-89.

Suliman, A. M. E., Khodari, K. M., &Salih, Z. A. (2013).Extraction of pectin from lemon and orange fruits peels and its utilization in jam making. *International Journal of Food Science and Nutrition Engineering*, 3(5), 81-84.

T

THIBAUT, J.F. et PETIT, R. (1979). Les substances pectiques : Les polymères végétaux, polymères pariétaux et alimentaires non azotés. Ed. Bordas, Paris.

Tobias, N.E., N.V. Eke, R.I. Okechukwu, R.N. Nwoguikpe and C.M. Duru, 2011. Waste to Health: Industrial Raw Materials. Potential of Peels of Nigerian Sweet Orange (*Citrus sinensis*). *African Journal of Biotechnology*, 10(33): 6257-6264

V

Vierling, E (2008). Aliment et boisson : filière et produit. 3 éd. France : centre régionale de documentation pédagogique d'aquitaine. P266-267.

W

Wang L.S et Stoner G.D. (2008). Anthocyanins and their role in cancer prevention. *Cancer Letters*. 269: 281-290.

Wang, S., Chen, F., Wu, J., Wang, Z., Liao, X., & Hu, X. (2007). Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology. *Journal of food engineering*, 78(2), 693-700.

Wang, Y. C., Chuang, Y. C., & Hsu, H. W. (2008). The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. *Food chemistry*, 106(1), 277-284.

Présenté par : BOUDRAA Ibtissem	Encadrant : Dr BENALI sonia
	Date de soutenance : 02/07/2017
Etude comparative entre deux méthodes d'extraction de la pectine du deux variétés d'orange (Thomson et Sanguine)	
Nature du diplôme : Master en biologie Option : Contrôle de Qualité des produits alimentaires	
<p style="text-align: center;">Résumé</p> <p>Les substances pectiques, sont des polysides, rattachées aux glucides. Ce sont des substances exclusivement d'origine végétale. Les pectines sont présentes en grande quantité dans les parois végétales de nombreux fruits et légumes comme l'orange que nous avons étudié dans notre étude comparative des deux variétés Thomson et sanguine.</p> <p>Dans le cadre de l'étude comparative entre ces deux variété nous avons testé et déterminé le pouvoir gélifiants, calculer le rendement de l'extraction de la pectine et déterminé et calculé sons caractères physicochimiques par des tests tel que l'humidité, la matière sèche, les cendres et la matière organique.</p> <p>Tous les résultats obtenus conformes aux normes.</p> <p>Les résultats des analyses montrent que le rendement de pectine est élevé dans le cas de l'utilisation de la méthode de micro-onde et la variété de Thomson possède un meilleur rendement avec les trois méthodes utilisées par rapport à la sanguine.</p>	
Mots clés : l'orange Thomson et sanguine, propriétés physicochimique, Extraction, Pectine.	
<p style="text-align: center;">Abstract</p> <p>Pectin substances are polysides, attached to carbohydrates. They are substances exclusively of vegetable origin. Pectins are present in large quantities in the vegetable walls of many fruits and vegetables such as orange which we studied in our comparative study of the two varieties Thomson and blood.</p> <p>In the comparative study between these two varieties, we tested and determined the gelling capacity, calculated the yield of pectin extraction and determined and calculated its physicochemical characteristics by tests such as moisture, dry matter, the cendres and the organic matter.</p> <p>All results achieved in accordance with the standards.</p> <p>The results of the analyzes show that the pectin yield is high in the case of the use of the microwave method and the variety of Thomson has a better yield with the three methods used relative to the blood orange.</p>	
Key Words: Thomson orange and blood, physicochemical properties, Extraction, Pectin.	
<p style="text-align: center;">ملخص</p> <p>المواد البكتينية، عبارة عن سكريات متصلة بالنشويات. هي مواد ذات أصل نباتي حصرا. البكتين موجود بكميات كبيرة في جدران الخلايا النباتية للكثير من الخضرا و الفواكه مثل البرتقال الذي اعتمدهنا في دراسة المقارنة بين صنف الطومسون و السونغين للبرتقال. في إطار دراسة المقارنة بين هذين الصنفين من البرتقال قمنا باختبار و تحديد إمكانية تشكيل الهلام ، حساب مرد ودية استخلاص البكتين، تحديد و حساب الخصائص الفيزيوكيميائية بالاعتماد على حساب نسبة الرطوبة، المادة الجافة، المادة العضوية و المواد غير العضوية. جميع النتائج المتحصل عليها ضمن المعايير.</p> <p>نتائج التحاليل بينت أن مردود البكتين مرتفع في حالة استعمال طريقة الميكروويف و صنف الطومسون يمتلك افضل مردود في الطرق الثلاثة المستعملة مقارنة مع السونغين.</p>	
الكلمات المفتاح : طومسون والبرتقال الدم والخصائص الفيزيائية ، والاستخراج والبكتين	

